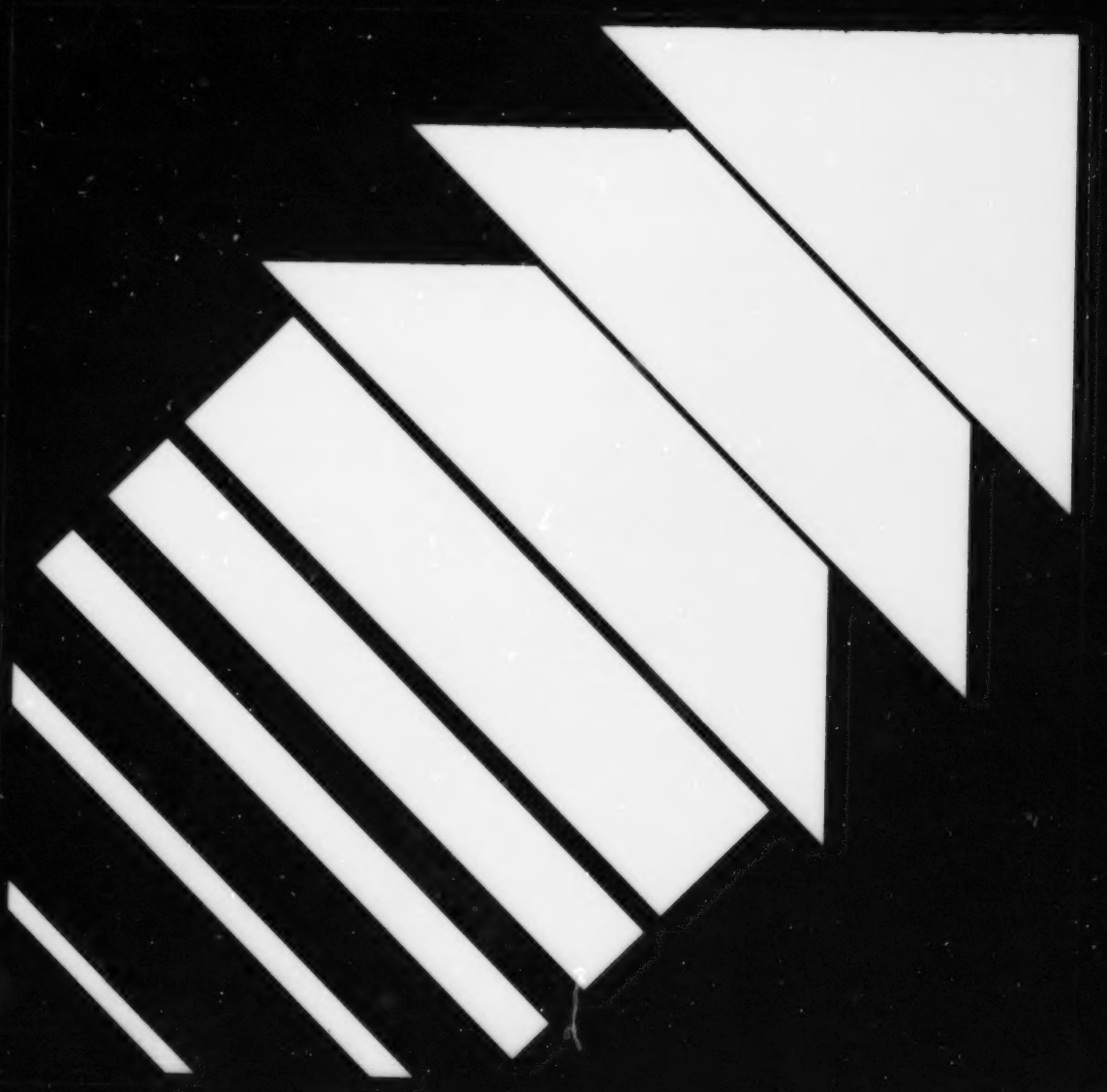
PROGRAMME NATIONAL DE RECHERCHE SUR LES RESIDUS D'URANIUM

MATÉRIAUX DE REFERENCE PROVENANT DE RÉSIDUS D'URANIUM

PNRRU-2F



Canada

86-01825/

MATÉRIAUX DE RÉFÉRENCE PROVENANT DE RÉSIDUS D'URANIUM

C.W. Smith H.F. Steger W.S. Bowman

Programme national de recherche sur les résidus d'uranium

PNRRU-2F

75 pp

MAR 3 1986
MICROMEDIA

CANMET

Centre canadien de la technologie des minéraux et de l'énergie

Canada Centre for Mineral and Energy Technology

© Ministre des Approvisionnements et Services Canada 1986

En vente au Canada par l'entremise de nos

agents libraires agréés
et autres librairies

ou par la poste auprès du:

Centre d'édition du gouvernement du Canada
Approvisionnements et Services Canada
Ottawa (Canada) K1A 0S9

N° de catalogue M39-15/1984F au Canada: 4,75 $
ISBN 0-660-91702-5 à l'étranger: 5,70 $

Prix sujet à changement sans préavis

MICROMEDIA

AVANT-PROPOS

Environ cent trente millions de tonnes de déchets de mine (résidus) résultant de l'extraction et du broyage du minerai d'uranium reposent présentement en surface ou près de la surface du sol au Canada. Au cours des audiences publiques et autres débats tenus en vue d'étudier les propositions relatives à l'établissement de nouvelles installations pour l'exploitation de l'uranium, on a manifesté de l'inquiétude au sujet des répercussions environnementales futures des déchets de mines. Les organismes régulateurs du gouvernement croient que les résidus d'uranium peuvent, à long terme, avoir des conséquences dont la gravité nous échappe actuellement, sur l'environnement et la santé des travailleurs.

Pour donner suite à une étude d'une durée d'un an à laquelle a participé un groupe de scientifiques du gouvernement, de l'industrie et des universités et qui portait sur les problèmes à long terme que pose la gestion des résidus d'uranium, le Gouvernement fédéral a élaboré un programme R-D en vue d'élucider la nature et l'étendue des difficultés qui pourront se poser à l'avenir. On espère que les résultats de ce programme permettront à la Commission de l'Énergie atomique du Canada et aux organismes régulateurs provinciaux de procéder plus facilement à l'élaboration de normes relatives au processus d'abandon des résidus. À cette fin, le gouvernement à financé jusqu'à concurrence de 9,5 millions de dollars le Programme de gestion des résidus d'uranium du CANMET, et ce, pour une période de cinq ans.

Le but principal du Programme est de fournir une source d'information scientifique valable qui permettra aux organismes régulateurs du gouvernement de prendre des décisions avec assurance et en toute connaissance de cause et d'établir des normes de protection à long terme de la santé des travailleurs et de l'environnement. La banque d'information scientifique fournira la description, entre autre, des processus physiques et chimiques auxquels participent les éléments constituants des résidus de mine et du cheminement de ceux-ci dans la biosphère.

Les activités du Programme national de recherche des résidus d'uranium, qui ont toutes été adjugées par contrat, comprennaient des travaux de recherche sur les processus relatifs au comportement et au mouvement des impuretés provenant des résidus, des échantillonnages et des mesures sur le terrain, ainsi que des analyses chimiques et la modélisation prophétique. Les résultats de ces activités sont présentés dans des guides dont la publication fait partie intégrante du Programme.

Ce guide a été préparé afin de fournir à toutes les personnes qui s'intéressent activement aux aspects opérationnels de la gestion et de la régulation des résidus d'uranium, des données récentes et des renseignements intéressants et utiles.

W.G. Jeffery
Directeur général
Centre canadien de la technologie des minéraux

PRÉFACE

Le succès du Programme national de recherche des résidus d'uranium repose entièrement sur la qualité des données. Dans le but de contribuer davantage à assurer la qualité des analyses chimiques des radionucléides et autres éléments-constituants d'une matrice de résidus d'uranium, on a préparé des matériaux de référence ordinaires dont la composition reflétait toute la gamme des éléments-constituants que l'on retrouve dans les résidus de mine au Canada. Les données compilées à partir des matériaux de référence seront utilisées pour contrôler la qualité des travaux effectués en vertu de contrats dans le cadre du programme et seront également mises à la disposition des autres personnes qui désireront en faire usage pour vérifier la performance de leur propre matériel et l'efficacité des méthodes utilisées.

Au fur et à mesure que de nouveaux matériaux de référence seront homologués, des suppléments d'information seront préparés et diffusés pour compléter les renseignements contenus dans le présent guide.

REMERCIEMENTS

Au tout début du Programme, Lloyd Dalton et Clint Smith des Laboratoires chimiques du CANMET ont participé à titre d'experts-scientifiques aux analyses interlaboratoires dans le cadre du PNGRU. M. Roy John, chef de projet, Mesures, Bureau du Programme national de gestion des résidus d'uranium, a, par la suite, pris la relève. Le guide contient la liste des laboratoires qui ont participé aux analyses. Nous désirons rendre hommage aux chercheurs du CANMET qui ont contribué à l'élaboration et à la bonne marche du projet visant l'établissement des normes de référence; C.W. Smith, H.F. Steger et W.S. Bowman.

V.A. Haw
Directeur
Programme national de recherche sur les résidus d'uranium

MATÉRIAUX DE RÉFÉRENCE PROVENANT DE RÉSIDUS D'URANIUM

par

C.W. Smith, H.F. Steger* et W.S. Bowman**

SOMMAIRE

Des échantillons de résidus d'uranium provenant de Bancroft et d'Elliot Lake en Ontario et de Beaverlodge et de Rabbit Lake en Saskatchewan ont été préparés comme matériaux de référence de composition connue à la demande du Programme national de recherche des résidus d'uranium. Chacun des quatre échantillons, UTS-1 à UTS-4, a été broyé à une granulométrie inférieure à 104 μm et mélangé pour former un lot. Les résidus UTS-1 à UTS-3 ont été mis dans des bouteilles de 200 g et l'UTS-4 a été mis dans des bouteilles de 100 g. On a vérifié l'homogénité des matériaux quant à l'uranium par la méthode d'activation neutronique et quant au fer total par une méthode de décomposition acide et de spectrométrie d'absorption atomique.

En vertu d'un programme analytique de *libre choix*, 18 laboratoires ont soumis des résultats pour un, ou plusieurs des éléments-constituants suivants: fer total, titane, aluminium, calcium, baryum, uranium, thorium, soufre total et sulfate pour les quatre matériaux, et nickel et arsenic pour l'UTS-4 seulement. Après une analyse statistique des données, on a assigné des valeurs recommandées à tous les éléments-constituants, sauf au sulfate pour l'UTS-3 et au nickel pour l'UTS-4.

On a déterminé la radioactivité des isotopes, thorium-230, radium-226, plomb-210, et polonium-210 pour les quatre matériaux, et thorium-232, radium-228, et thorium-228 pour l'UTS-1 et l'UTS-2, dans le cadre d'un programme radioanalytique auquel huit laboratoires ont participé. Les valeurs recommandées pour les activités des isotopes et des paramètres associés ont été calculées à l'aide d'une analyse statistique des données.

**Chercheurs scientifiques, Laboratoires des sciences minérales, CANMET, Énergie, Mines et Ressources Canada, Ottawa, K1A 0G1.*

URANIUM TAILINGS REFERENCE MATERIALS

by

C.W. Smith, H.F. Steger* and W.S. Bowman**

SYNOPSIS

Samples of uranium tailings from Bancroft and Elliot Lake, Ontario, and from Beaverlodge and Rabbit Lake, Saskatchewan, have been prepared as compositional reference materials at the request of the National Uranium Tailings Research Program. The four samples, UTS-1 to UTS-4, were ground to minus 104 μm, each mixed in one lot and bottled in 200-g units for UTS-1 to UTS-3 and in 100-g units for UTS-4. The materials were tested for homogeneity with respect to uranium by neutron activation analysis and to iron by an acid-decomposition atomic absorption procedure.

In a *free choice* analytical program, 18 laboratories contributed results for one or more of total iron, titanium, aluminum, calcium, barium, uranium, thorium, total sulphur, and sulphate for all four samples, and for nickel and arsenic in UTS-4 only. Based on a statistical analysis of the data, recommended values were assigned to all elements/constituents, except for sulphate in UTS-3 and nickel in UTS-4.

The radioactivity of thorium-230, radium-226, lead-210, and polonium-210 in UTS-1 to UTS-4 and of thorium-232, radium-228, and thorium-228 in UTS-1 and UTS-2 was determined in a radioanalytical program composed of eight laboratories. Recommended values for the radioactivities and associated parameters were calculated by a statistical treatment of the results.

**Research Scientists, Mineral Sciences Laboratories, CANMET, Energy, Mines and Resources Canada, Ottawa, K1A 0G1.*

TABLE DES MATIÈRES

	Page
AVANT-PROPOS	i
PRÉFACE	iii
SOMMAIRE	v
SYNOPSIS	vii
INTRODUCTION	1
NATURE ET PRÉPARATION	1
UTS-1	1
UTS-2	1
UTS-3	1
UTS-4	2
ESTIMATION DES VALEURS RECONNUES ET LIMITE DE CONFIANCE À 95 %	2
RÉFÉRENCES	4
CONFIRMATION DE L'HOMOGÉNÉITÉ	5

TABLEAUX

Nº		
1.	Analyse granulométrique des échantillons de résidus d'uranium (tamis humide)	2
2.	Valeurs recommandées pour les éléments-constituants	3
3.	Valeurs recommandées pour l'activité des isotopes radioactifs	3
4a.	Confirmation de l'homogénéité en uranium de UTS-1	7
4b.	Confirmation de l'homogénéité en fer total de UTS-1	8
5a.	Confirmation de l'homogénéité en uranium de UTS-2	8
5b.	Confirmation de l'homogénéité en fer total de UTS-2	9
6a.	Confirmation de l'homogénéité en uranium de UTS-3	9
6b.	Confirmation de l'homogénéité en fer total de UTS-3	10
7a.	Confirmation de l'homogénéité en uranium de UTS-4	10
7b.	Confirmation de l'homogénéité en fer total de UTS-4	11
PARTIE A – VALEURS RECOMMANDÉES POUR LES ÉLÉMENTS-CONSTITUANTS DES RÉSIDUS UTS-1 À UTS-4		13
PROGRAMME INTERLABORATOIRE		15
TRAITEMENT STATISTIQUE DES RÉSULTATS D'ANALYSE		15
ANALYSE DES RÉSULTATS		15
Valeurs approximatives		15
Lutte contre les émissions de soufre		16

TABLEAUX

Nº		
A-1.	Laboratoires participants	16
A-2a.	Résultats de laboratoire, moyennes et écarts-types pour le fer total et le titane dans UTS-1	17
A-2b.	Résultats de laboratoire, moyennes et écarts-types pour l'aluminium et le calcium dans UTS-1	18
A-2c.	Résultats de laboratoire, moyennes et écarts-types pour le baryum et l'uranium dans UTS-1	19
A-2d.	Résultats de laboratoire, moyennes et écarts-types pour le thorium et le soufre total dans UTS-1	20
A-2e.	Résultats de laboratoire, moyennes et écarts-types pour les sulfates dans UTS-1	21
A-3a.	Résultats de laboratoire, moyennes et écarts-types pour le fer total et le titane dans UTS-2	22
A-3b.	Résultats de laboratoire, moyennes et écarts-types pour l'aluminium et le calcium dans UTS-2	23
A-3c.	Résultats de laboratoire, moyennes et écarts-types pour le baryum et l'uranium dans UTS-2	24
A-3d.	Résultats de laboratoire, moyennes et écarts-types pour le thorium et le soufre total dans UTS-2	25

A-3e. Résultats de laboratoire, moyennes et écarts-types pour les sulfates dans UTS-2 26
A-4a. Résultats de laboratoire, moyennes et écarts-types pour le fer total et le titane dans UTS-3 27
A-4b. Résultats de laboratoire, moyennes et écarts-types pour l'aluminium et le calcium dans UTS-3 . 28
A-4c. Résultats de laboratoire, moyennes et écarts-types pour le baryum et l'uranium dans UTS-3 ... 29
A-4d. Résultats de laboratoire, moyennes et écarts-types pour le thorium et le soufre total dans UTS-3 30
A-4e. Résultats de laboratoire, moyennes et écarts-types pour les sulfates dans UTS-3 31
A-5a. Résultats de laboratoire, moyennes et écarts-types pour le fer total et le titane dans UTS-4 32
A-5b. Résultats de laboratoire, moyennes et écarts-types pour l'aluminium et le calcium dans UTS-4 . 33
A-5c. Résultats de laboratoire, moyennes et écarts-types pour le baryum et l'uranium dans UTS-4 ... 34
A-5d. Résultats de laboratoire, moyennes et écarts-types pour le thorium et le soufre total dans UTS-4 35
A-5e. Résultats de laboratoire, moyennes et écarts-types pour les sulfates et le nickel dans UTS-4 .. 36
A-5f. Résultats de laboratoire, moyennes et écarts-types pour l'arsenic dans UTS-4 37
A-6a. Résumé des méthodes analytiques pour le fer total 38
A-6b. Résumé des méthodes analytiques pour le titane 38
A-6c. Résumé des méthodes analytiques pour l'aluminium 38
A-6d. Résumé des méthodes analytiques pour le calcium 38
A-6e. Résumé des méthodes analytiques pour le baryum 39
A-6f. Résumé des méthodes analytiques pour l'uranium 39
A-6g. Résumé des méthodes analytiques pour le thorium 39
A-6h. Résumé des méthodes analytiques pour le soufre total 40
A-6i. Résumé des méthodes analytiques pour les sulfates 40
A-6j. Résumé des méthodes analytiques pour le nickel 40
A-6k. Résumé des méthodes analytiques pour l'arsenic 41
A-7a. Valeurs reconnues et paramètres statistiques associés pour UTS-1 41
A-7b. Valeurs reconnues et paramètres statistiques associés pour UTS-2 41
A-7c. Valeurs reconnues et paramètres statistiques associés pour UTS-3 42
A-7d. Valeurs reconnues et paramètres statistiques associés pour UTS-4 42
A-8. Composition chimique approximative 42

PARTIE B – ACTIVITÉ DES RADIO-ISOTOPES DANS UTS-1, UTS-2, UTS-3 ET UTS-4 43

PROGRAMME INTERLABORATOIRE POUR LES RADIO-ISOTOPES 45
VALEURS RECONNUES DES ACTIVITÉS: TRAITEMENT STATISTIQUE DES RÉSULTATS 45
ANALYSE DES RÉSULTATS 46
Résultats pour UTS-5 46
Résultats pour les échantillons UTS-1 à UTS-4 46
Observations sur la précision et la justesse des mesures 47
RÉFÉRENCES 49

TABLEAUX

Nº
B-1. Laboratoires participant aux analyses radiochimiques 50
B-2. Résultats d'analyse, moyennes de laboratoire et écarts-types pour les isotopes de la série ^{238}U dans UTS-1 51
B-3. Résultats d'analyse, moyennes de laboratoire et écarts-types pour les isotopes de la série ^{238}U dans UTS-2 52
B-4. Résultats d'analyse, moyennes de laboratoire et écarts-types pour les isotopes de la série ^{238}U dans UTS-3 53
B-5. Résultats d'analyse, moyennes de laboratoire et écarts-types pour les isotopes de la série ^{238}U dans UTS-4 54
B-6. Résultats d'analyse, moyennes de laboratoire et écarts-types pour les isotopes de la série ^{238}U dans UTS-5 55
B-7. Résultats d'analyse, moyennes de laboratoire et écarts-types pour les isotopes de la série ^{232}Th dans UTS-1 56
B-8. Résultats d'analyse, moyennes de laboratoire et écarts-types pour les isotopes de la série ^{232}Th dans UTS-2 56

B-9. Résultats d'analyse, moyennes de laboratoire et écarts-types pour les isotopes de la série ^{232}Th dans UTS-5 57
B-10. Résultats d'analyse et moyennes de laboratoire pour ^{232}Th et ^{228}Th dans UTS-3 et UTS-4 (Lab-3 seulement, spectroscopie alpha) 57
B-11. Résutats d'analyse et moyennes de laboratoire pour ^{231}Pa (Lab-3 seulement, spectroscopie alpha) 57
B-12. Résumé des méthodes radiochimiques (a,b) 58
B-13. Références pour les méthodes radiochimiques 61
B-14. Étalons et traceurs de récupération utilisés dans les mesures radiochimiques 62
B-15. Résultats des analyses de variance, isotopes de la série ^{238}U 63
B-16. Résultats des analyses de variance, isotopes de la série ^{232}Th 63
B-17. Résultats des tests r de Dixon sur les moyennes de laboratoire 64
B-18. Valeurs reconnues et paramètres statistiques associés pour l'activité des isotopes dans les résidus de référence 64
B-19. Performance du programme de consensus sur les radio-isotopes pour UTS-5 65

INTRODUCTION

La préparation de matériaux de composition comme référence à partir de plusieurs résidus d'uranium représentatifs de mines canadiennes existantes a été entreprise à la fin de 1982 (1) sous les auspices du Programme national de gestion des résidus d'uranium (PNGRU). Ces matériaux de référence devaient être utilisés pour des analyses chimiques et radiochimiques de contrôle de qualité dans le cadre du Programme national de mesures du PNGRU. Ils devaient aussi être mis la disposition des laboratoires d'analyse, pour un usage plus général, par le biais du Projet canadien des matériaux de référence certifiés (PCMR).

Le PCMR offre actuellement de nombreux minerais, concentrés et produits connexes certifiés, de composition connue, représentatifs des gisements canadiens et en général non disponibles ailleurs dans les laboratoires d'analyse associés à l'extraction minière, à la métallurgie et aux sciences de la terre (2). Parmi ces matériaux, on trouve des minerais d'uranium provenant d'Elliot Lake (Ontario) et de Beaverlodge (Saskatchewan) dont quatre, DL-1a, DH-1a, BL-4a et BL-5, ont été certifiés pour l'activité du radium-226 (3).

Le présent rapport décrit la préparation et la caractérisation de quatre échantillons de résidu d'uranium: UTS-1, UTS-2, UTS-3 et UTS-4. On trouvera ci-après la description de la nature et de la préparation physique de ces échantillons, ainsi qu'une évaluation des valeurs reconnues et des paramètres statistiques associés.

Les résultats du programme d'analyse sont présentés dans la partie A du rapport. Le but de ce programme était de déterminer les concentrations en fer total, titane, aluminium, calcium, baryum, uranium, thorium, soufre total, sulfate, nickel et arsenic des échantillons de résidus.

Les résultats du programme radioanalytique sont présentés dans la partie B. On a déterminé l'activité du thorium-230, du radium-226, du plomb-210 et du polonium pour les quatre échantillons, ainsi que l'activité du thorium-232, du radium-228 et du thorium-228 pour UTS-1 et UTS-2.

NATURE ET PRÉPARATION

UTS-1

Madawaska Mines Limited, situé près de Bancroft (Ontario) a fourni les échantillons de résidu d'uranium pour UTS-1 aux PNGRU et PCMR en octobre 1982. La mine se trouve dans une zone de métagabbro et d'amphibolite. Le minerai est dans une zone de dykes granitiques pegmatitiques, avec des phases métasomatiques. L'uranium est présent sous forme d'uraninite et d'uranothorite avec une proportion mineure d'uranophane (4). Le minerai est broyé jusqu'à ce que 50 % de celui-ci ait une granulométrie inférieure à 74 μm puis il est lixivié à pH = 1,6 à 1,8 avec de l'acide sulfurique et du chlorate de sodium, sous agitation avec de l'air comprimé, avec un temps de rétention de 24 h. Les bouillies résiduelles sont traitées à la chaux à pH = 9 avant d'être éliminées (5).

UTS-2

Rio Algom d'Elliot Lake (Ontario) a donné les résidus pour UTS-2. Le minerai est un conglomérat de galets. Les galets sont constitués principalement de quartz avec un peu de chert. La gangue est une quartzite séricitique feldspathique contenant globalement environ 10 % de pyrite (6). Le minerai broyé est lixivié à 60-70°C avec une concentration en acide sulfurique de 40 g/L, sous agitation avec de l'air comprimé, pendant environ 40 h. Les bouillies résiduelles sont traitées avec de la chaux et du calcaire pour élever le pH à 10 avant l'élimination (7).

UTS-3

L'Eldorado Nuclear Limited, de Beaverlodge (Saskatchewan), a donné les échantillons pour UTS-3. Le corps de minerai consiste en des complexes de disséminations et veinules, lentilles et veines de pechblende dans des oligoclases mylonitisées rouge-brun saturées d'hématite pulvérulente. La pechblende est le seul minéral radioactif présent. On trouve des quantités minimes de carbonate et de pyrite avec la pechblende (8). Les pyrites sont séparées sous forme de concentré par flottation à pH 10 (carbonate de sodium) avec du xanthate d'isopropyl. Ce concentré est lixivié avec 100 lb/tonne (44 kg/1000 kg) d'acide sulfurique et 2,5 lb/tonne (1,1 kg/1000 kg) de chlorate de sodium. L'uranium est précipité avec de l'hydroxyde de magnésium puis envoyé dans le circuit de lixiviation au carbonate.

La bouillie de résidus de flottation et l'uranium précipité dans 100 g/L de carbonate et de sulfate dissous est lixiviée pendant quatre jours à 90°C. L'uranium et les sulfures résiduels sont oxydés par aspersion avec 99,5 % d'oxygène. Les résidus sont éliminés directement (9).

UTS-4

Les résidus pour UTS-4 ont été fournis par le Laboratoire de métallurgie extractive du CANMET qui les avait déjà préparés à partir de minerais donnés par Eldor Mines (auparavant Gulf Minerals Canada Limited) de Rabbit Lake (Saskatchewan), en utilisant le procédé de récupération de cette usine. La roche favorable pour la minéralisation d'uranium est une dolomite siliceuse qui a été hautement altérée et fracturée. Le minerai consiste en une zone préminéralisée au centre d'une zone bréchique, la minéralisation diminuant lorsqu'on va vers le pourtour moins bréchique (10). Le minerai broyé est lixivié avec l'acide sulfurique et du chlorate de sodium en sept étapes au cours desquelles le pH et la température varient respectivement de 2,5-2,8 et 30-34°C à 1,6-1,7 et 48-52°C. Le temps de rétention pendant la lixiviation est d'environ huit heures. Les résidus sont neutralisés avec de la chaux avant d'être éliminés (10).

Les quatre échantillons de résidus d'uranium ont été séchés à 80°C et broyés à sec en novembre-décembre 1982 pour passer au tamis de 104 µm. Les échantillons pulvérisés ont chacun été désablés en une fois dans un mélangeur conique de 570 L pendant 15 heures avant d'être embouteillés. Environ 340 kg de UTS-1, UTS-2 et UTS-3 chacun ont été embouteillés en lots de 200 g. Pour UTS-4, on a embouteillé environ 134 kg en lots de 100 g. On a vérifié l'homogénéité des quatre échantillons quant à l'uranium par une technique analytique d'activation neutronique et quant au fer total par une méthode de dissolution acide et de spectrométrie d'absorption atomique. Les résidus se sont révélés suffisamment homogènes pour servir de matériaux de référence. Les résultats des analyses d'homogénéité de UTS-1, UTS-2, UTS-3 et UTS-4 sont donnés à l'annexe A.

Les résultats de l'analyse granulométrique des échantillons sont donnés au Tableau 1.

Tableau 1 – Analyse granulométrique des échantillons de résidus d'uranium (tamis humide)

Taille de la fraction (µm)	UTS-1	UTS-2	UTS-3	UTS-4
	masse %			
+ 104	0,1	0,03	<0,01	<0,01
−104 + 74	47,8	40,9	54,8	19,7
− 74 + 55	17,6	15,6	18,5	13,1
− 55 + 37	7,0	6,9	6,3	5,7
− 37	27,5	36,6	20,4	61,5

La concentration des éléments-constituants et l'activité des radio-isotopes choisis dans les échantillons de résidus d'uranium ont été déterminées dans des programmes interlaboratoires auxquels ont participé respectivement dix-huit et huit laboratoires. Tous les participants, sauf un dans chaque programme, ont effectué les travaux analytiques requis dans le cadre de contrats avec le CANMET préparés par Approvisionnements et Services Canada (Tableaux A-1 et B-1).

ESTIMATION DES VALEURS RECONNUES ET LIMITES DE CONFIANCE À 95 %

On se sert de la méthode suivante pour estimer la valeur reconnue et les paramètres statistiques associés seulement après avoir éliminé les valeurs aberrantes. Chaque programme interlaboratoire a son propre critère d'élimination qui est examiné dans les parties A et B.

On s'est servi d'une technique d'analyse simple de la variance pour estimer la valeur reconnue et sa variance. Dans cette approche, on considère que les résultats du programme d'homologation décrit ne constituent qu'un échantillonnage d'un groupe universel de résultats. On a supposé que les données analytiques étaient ajustées au modèle (11)

$$x_{ij} = \mu + y_i + e_{ij}$$

où x_{ij} = j^e résultat du groupe i,

μ = valeur reconnue réelle,

y_i = écart entre les moyennes des résultats du groupe i ($\bar{x}_i$.) et μ, et

e_{ij} = écart entre x_{ij} et $\bar{x}_i$.

On considère que y_i et e_{ij} ont tous deux des distributions normales avec des moyennes de 0 et des variances de ω et σ^2 respectivement. On évalue la signification de ω^2 en comparant le rapport des carrés moyens entre groupes au carré moyen à l'intérieur des groupes avec la valeur de F au niveau de confiance de 95 % et avec les degrés de liberté appropriés.

La valeur reconnue du modèle considéré est évaluée d'après la moyenne globale $\bar{x}\ldots$:

$$\bar{x}\,.. = \sum_i^k \sum_j^{n_i} x_{ij} \Big/ \sum_i^k n_i$$

où n_i = le nombre de résultats du groupe i, et

k = le nombre de groupes.

La valeur de σ^2 est évaluée d'après s_1^2 qui est donnée par

$$s_1^2 = \sum_i^k \sum_j^{n_i} (x_{ij} - \bar{x}_{i.})^2 \Big/ \sum_i^k n_i - k$$

La valeur de ω^2 est évaluée d'après

$$\omega^2 = (s_2^2 - s_1^2) \Big/ \frac{1}{k-1}\left(\sum_i^k n_i - \sum_i^k n_i^2 / \sum_i^k n_i\right)$$

où

$$s_2^2 = \sum_i^k n_i(\bar{x}_{i.} - \bar{x}\,..)^2 \Big/ k - 1$$

La variance de la moyenne globale est donnée par

$$v[\bar{x}\,..] = \left(\sum_i^k n_i^2/(\sum_i^k n_i)^2\right) \omega^2 + \left(1/\sum_i^k n_i\right) \sigma^2$$

et les limites de confiance de 95 % pour $\bar{x}\,..$ sont

$$\bar{x}\,.. \pm t_{0.975,\,(k-1)} \sqrt{V[\bar{x}\,..]}$$

Il faut souligner que des limites de confiance à 95 % signifient que pour 100 exécutions du programme d'homologation, la moyenne globale serait dans 95 cas entre les limites prévues.

L'écart-type moyen à l'intérieur des groupes, σ_A, est une mesure de la précision moyenne à l'intérieur des bouteilles telle que déterminée par la méthode analytique utilisée. Il en découle donc qu'un laboratoire utilisant une méthode de reproductibilité moyenne ou supérieure devrait obtenir des résulats particuliers pour un élément homologué donné dont la précision est au moins comparable à la valeur indiquée pour σ_A.

Les valeurs reconnues pour les éléments-constituants et les isotopes radioactifs sont données respectivement aux tableaux 2 et 3 et sont considérées comme valeurs recommandées.

Tableau 2 – Valeurs recommandées pour les éléments-constituants

Élément/ constituant	UTS-1	UTS-2	UTS-3	UTS-4
	masse %			
Fe (total)	4,87	3,20	3,25	2,62
Ti	0,54	0,18	0,23	0,24
Al	6,24	2,71	5,80	6,29
Ca	5,24	0,42	4,03	1,75
S (total)	1,00	3,23	0,23	1,80
sulfate	2,64	0,84		5,21
	µg/g			
baryum	324	464	212	65
uranium	49	56	513	1010
thorium	138	174	10,0	15,4
arsenic				38

Tableau 3 – Valeurs recommandées pour l'activité des isotopes radioactifs

Isotope	UTS-1	UTS-2	UTS-3	UTS-4
	Bq/g			
Th-230	3,6	4,4	11,3	22,9
Ra-226	3,67	5,6	13,3	38,6
Pb-210	3,25	4,55	12,6	32,4
Po-210	3,1	4,4	11,8	30,8
Th-232	0,68	0,88		
Ra-228	0,68	1,0		
Th-228	0,71	0,92		

RÉFÉRENCES

1. Lapp, P.A. "Report on the national technical planning group on uranium tailings research"; Énergie, Mines et Ressources Canada, Ottawa; 1981.

2. Steger, H.F. "Certified reference materials"; CANMET Report 83-3; CANMET, Énergie, Mines et Ressources Canada; 1983.

3. Smith, C.W. et Steger, H.F. "Radium-226 in certified uranium reference ores DL-1a, BL-4a, DH-1a et BL-5a"; CANMET Report 83-9E; CANMET, Énergie, Mines et Ressources Canada; 1983.

4. Douglas, R.J.W., Éditeur "Geology and economic minerals of Canada"; Econ Geol Report No. 1; CGC, Énergie, Mines et Ressources Canada; 1970.

5. Kresin, P. "Madawaska Mines Limited" in CIM Special Volume 16: "Milling practice in Canada"; edited by D.E. Pickett, 304-307; 1978.

6. Lang, A.H. "Canadian deposits of uranium and thorium"; Econ Geol Series 16; 2e édition CGC, Énergie, Mines et Ressources Canada; 1962.

7. Vermeulen, L.W. "Rio Algom Limited" in CIM Special Volume 16: "Milling practice in Canada"; edited by D.E. Pickett,; 307-309; 1978.

8. Direction et personnel, Eldorado Mining and Refining Ltd. "Featuring the Beaverlodge operation: geology"; Can Min Jour 81:6: 84-90; 1960.

9. Feasby, D.G. "Eldorado Nuclear Limited" in CIM Special Volume 16: "Milling practice in Canada"; edited by D.E. Pickett,; 300-303; 1978.

10. Carino, A.B. "Uranium recovery at the Rabbit Lake operation of Gulf Minerals Canada Limited"; CIM Bull 72: 806:162-165; 1979.

11. Brownlee, K.A. "Statistical theory and methodology in science and engineering"; New York, John Wiley and Sons, Inc.; 1960.

CONFIRMATION DE L'HOMOGÉNÉITÉ

CONFIRMATION DE L'HOMOGÉNÉITÉ

L'homogénéité des échantillons de résidus d'uranium a été confirmée par Chemex Laboratories Ltd., North Vancouver (Colombie-Britannique), (Contrat 15SQ. 23440-2-9146). L'uranium et le fer total ont été analysés dans trois sous-échantillons distincts pris dans chacune des 19 bouteilles choisies parmi 1 655 bouteilles de UTS-1, UTS-2 et UTS-3 et parmi 1 280 bouteilles de UTS-4. Pour UTS-1, UTS-2 et UTS-3, le stock était divisé en 18 lots de 87 bouteilles et un 19e lot de 89 bouteilles; le stock de UTS-4 était divisé en 18 lots de 67 bouteilles et un 19e lot de 74 bouteilles. Dans chaque cas, le numéro de code de la première bouteille était choisi au hasard dans le premier lot. Les numéros de code des 18 autres bouteilles étaient donnés par le numéro de code de la bouteille précédente auquel on a ajouté le nombre de bouteilles dans chacun des 18 premiers lots.

On a déterminé la concentration d'uranium par une technique analytique d'activitation neutronique. La concentration en fer total a été déterminée par la spectrométrie d'absorption atomique après décomposition de l'échantillon dans plusieurs acides. Les résultats sont donnés aux tableaux 4 à 7.

On s'est servi d'une technique d'analyse simple de la variance pour évaluer l'homogénéité (11). Dans cette méthode, on compare le rapport des carrés moyens entre bouteilles aux carrés moyens à l'intérieur des bouteilles avec la valeur de F au niveau de confiance de 95 %. Statistiquement, on n'a pas observé d'inhomogénéité d'une bouteille à une autre en ce qui concerne l'uranium pour les quatre échantillons ou le fer pour UTS-1 et UTS-2.

Par contre, pour UTS-3 et UTS-4, on a observé une certaine inhomogénéité d'une bouteille à une autre. Cependant, cela ne signifie pas nécessairement que l'inhomogénéité est physiquement importante, surtout si l'on tient compte des résultats contradictoires observés pour l'uranium. De plus, la détection d'une inhomogénéité, statistique, physique, ou les deux, ne signifie pas nécessairement que l'on ne puisse pas utiliser l'échantillon comme matériau de référence dans la mesure où la grandeur de cette inhomogénéité est acceptable si l'on compare avec l'incertitude globale associée à la valeur recommandée pour l'élément considéré. En ce qui concerne le fer dans UTS-3 et UTS-4, l'écart-type entre bouteilles était respectivement de 0,026 et 0,015 % pour des moyennes globales de 3,12 et 2,60 % de Fe. Par conséquent l'inhomogénéité détectée conduit à des incertitudes relative de 0,83 et 0,58 % pour UTS-3 et UTS-4, valeurs que le PCMR considère comme acceptable si l'on compare avec l'incertitude relative entre laboratoires prévue. Le calcul de cette dernière donne 0,089 et 0,073 % de Fe pour UTS-3 et UTS-4, c'est-à-dire une incertitude relative de 2,74 et 2,79 %, respectivement. UTS-3 et UTS-4 sont donc suffisamment homogènes pour être utilisés comme matériaux de référence.

Tableau 4a – Confirmation de l'homogénéité en uranium de UTS-1

	Uranium (µg/g)			
N° de la bouteille	Valeur par essai			Valeur moyenne
40	54	53	48	51,7
127	47	49	51	49,0
214	51	49	50	50,0
301	53	52	50	51,7
388	49	49	48	48,7
475	52	49	51	50,7
565	50	50	54	51,3
649	51	48	48	49,0
736	50	49	51	50,0
823	49	49	47	48,3
910	52	49	49	50,0
997	52	48	48	49,3
1084	52	49	45	48,7
1171	48	48	49	48,3
1258	48	49	52	49,7
1345	51	51	49	50,3
1432	50	50	53	51,0
1519	49	47	51	49,0
1606	51	47	49	49,0
			Moyenne globale =	49,8

Tableau d'analyse de variance pour l'uranium

Source de variation	Degré de liberté	Carré moyen
Entre bouteilles	18	3,595
À l'intérieur des bouteilles	38	3,614
Total	56	
Valeur de F calculée =	0,995	
F.95 (18,38) =	1,883	

L'hypothèse nulle d'une différence de 0 entre les bouteilles est acceptée pour l'uranium

Tableau 4b – Confirmation de l'homogénéité en fer total de UTS-1

	Fer total (%)			
N° de la bouteille	Valeur par essai			Valeur moyenne
40	4,75	4,74	4,83	4,77
127	4,93	4,75	4,88	4,85
214	4,80	4,80	4,76	4,79
301	4,83	4,82	4,82	4,82
388	4,81	4,75	4,73	4,76
475	4,77	4,76	4,76	4,76
565	4,83	4,83	4,77	4,81
649	4,78	4,85	4,82	4,82
736	4,86	4,81	4,76	4,81
823	4,77	4,83	4,81	4,80
910	4,84	4,86	4,88	4,86
997	4,83	4,82	4,82	4,82
1084	4,79	4,90	4,90	4,86
1171	4,75	4,77	4,89	4,80
1258	4,86	4,81	4,77	4,81
1345	4,82	4,80	4,81	4,81
1432	4,78	4,77	4,78	4,78
1519	4,80	4,78	4,88	4,82
1606	4,83	4,81	4,87	4,84

Moyenne globale = 4,81

Tableau 5a – Confirmation de l'homogénéité en uranium de UTS-2

	Uranium (µg/g)			
N° de la bouteille	Valeur par essai			Valeur moyenne
72	53	54	55	54,0
159	52	53	56	53,7
246	50	57	58	55,0
333	55	56	54	55,0
420	55	55	55	55,0
507	57	57	54	56,0
594	56	57	55	56,0
681	55	56	55	55,3
768	54	55	57	55,3
855	55	55	57	55,7
942	57	57	55	56,3
1029	55	56	56	55,7
1116	55	54	55	54,7
1203	54	56	54	54,7
1290	54	55	57	55,3
1377	56	56	55	55,7
1464	54	57	56	55,7
1551	56	55	57	56,0
1638	56	53	54	54,3

Moyenne globale = 55,2

Tableau d'analyse de variance pour le fer total

Source de variation	Degré de liberté	Carré moyen
Entre bouteilles	18	$2,645 \times 10^{-3}$
À l'intérieur des bouteilles	38	$1,861 \times 10^{-3}$
Total	56	
Valeur de F calculée =	1,421	
F.95 (18,38) =	1,883	

L'hypothèse nulle d'une différence de 0 entre les bouteilles est acceptée pour le fer

Tableau d'analyse de variance pour l'uranium

Source de variation	Degré de liberté	Carré moyen
Entre bouteilles	18	1,558
À l'intérieur des bouteilles	38	2,368
Total	56	
Valeur de F calculée =	0,658	
F.95 (18,38) =	1,883	

L'hypothèse nulle d'une différence de 0 entre les bouteilles est acceptée pour l'uranium

Tableau 5b – Confirmation de l'homogénéité en fer total de UTS-2

	Fer total (%)			
N° de la bouteille	Valeur par essai			Valeur moyenne
72	3,05	3,05	3,14	3,08
159	3,08	3,07	3,15	3,10
246	3,09	3,12	3,05	3,09
333	3,07	3,09	3,14	3,10
420	3,11	3,08	3,01	3,07
507	3,04	3,05	3,08	3,06
594	3,09	3,09	3,05	3,08
681	3,03	3,13	3,05	3,07
768	3,04	3,08	3,09	3,07
855	3,09	3,03	3,04	3,05
942	3,10	3,13	3,19	3,14
1029	3,15	3,15	3,12	3,14
1116	3,11	3,10	3,04	3,08
1203	3,10	3,12	3,11	3,11
1290	3,05	3,16	3,07	3,09
1377	3,12	3,07	3,14	3,11
1464	3,06	3,07	3,10	3,08
1551	3,08	3,13	3,07	3,09
1638	3,07	3,04	3,06	3,06
			Moyenne globale =	3,09

Tableau 6a – Confirmation de l'homogénéité en uranium de UTS-3

	Uranium (%)			
N° de la bouteille	Valeur par essai			Valeur moyenne
43	,0513	,0515	,0519	,0516
130	,0517	,0522	,0527	,0522
217	,0513	,0500	,0501	,0505
304	,0521	,0485	,0494	,0500
391	,0507	,0521	,0520	,0516
478	,0506	,0513	,0518	,0512
565	,0515	,0521	,0497	,0511
652	,0516	,0521	,0513	,0517
739	,0517	,0510	,0524	,0517
826	,0517	,0502	,0497	,0505
913	,0511	,0518	,0515	,0515
1000	,0505	,0518	,0507	,0510
1087	,0508	,0504	,0518	,0510
1174	,0517	,0510	,0511	,0513
1261	,0518	,0514	,0512	,0515
1348	,0531	,0513	,0510	,0518
1435	,0513	,0522	,0521	,0519
1522	,0513	,0497	,0497	,0502
1609	,0517	,0525	,0518	,0520
			Moyenne globale =	,0513

Tableau d'analyse de variance pour le fer total

Source de variation	Degré de liberté	Carré moyen
Entre bouteilles	18	$1{,}888 \times 10^{-3}$
À l'intérieur des bouteilles	38	$1{,}349 \times 10^{-3}$
Total	56	
Valeur de F calculée =	1,400	
F.95 (18,38) =	1,883	

L'hypothèse nulle d'une différence de 0 entre les bouteilles est acceptée pour le fer

Tableau d'analyse de variance pour l'uranium

Source de variation	Degré de liberté	Carré moyen
Entre bouteilles	18	$1{,}117 \times 10^{-6}$
À l'intérieur des bouteilles	38	$6{,}628 \times 10^{-7}$
Total	56	
Valeur de F calculée =	1,685	
F.95 (18,38) =	1,883	

L'hypothèse nulle d'une différence de 0 entre les bouteilles est acceptée pour l'uranium

Tableau 6b – Confirmation de l'homogénéité en fer total de UTS-3

	Fer total (%)			
N° de la bouteille	Valeur par essai			Valeur moyenne
43	3,15	3,17	3,18	3,17
130	3,20	3,15	3,11	3,15
217	3,16	3,10	3,13	3,13
304	3,07	3,10	3,11	3,09
391	3,13	3,07	3,14	3,11
478	3,10	3,05	3,13	3,09
565	3,06	3,05	3,08	3,06
652	3,09	3,08	3,06	3,08
739	3,20	3,20	3,13	3,18
826	3,15	3,11	3,15	3,14
913	3,13	3,15	3,15	3,14
1000	3,19	3,15	3,10	3,15
1087	3,06	3,16	3,14	3,12
1174	3,09	3,11	3,14	3,11
1261	3,10	3,06	3,10	3,09
1348	3,12	3,19	3,16	3,16
1435	3,14	3,07	3,10	3,10
1522	3,13	3,15	3,13	3,14
1609	3,13	3,10	3,10	3,11

Moyenne globale = 3,12

Tableau 7a – Confirmation de l'homogénéité en uranium de UTS-4

	Uranium (%)			
N° de la bouteille	Valeur par essai			Valeur moyenne
51	,1079	,1076	,1057	,1071
119	,1057	,1069	,1056	,1061
187	,1068	,1069	,1076	,1071
255	,1063	,1055	,1054	,1057
323	,1019	,1051	,1063	,1044
391	,1064	,1065	,1048	,1059
459	,1060	,1060	,1077	,1066
527	,1092	,1065	,1078	,1078
595	,1060	,1082	,1065	,1069
663	,1060	,1075	,1036	,1057
731	,1076	,1064	,1066	,1069
799	,1067	,1045	,1066	,1059
867	,1045	,1060	,1063	,1056
935	,1064	,1066	,1068	,1066
1003	,1063	,1072	,1058	,1064
1071	,1075	,1051	,1078	1068
1139	,1070	,1069	,1065	,1068
1207	,1071	,1056	,1065	,1064
1275	,1062	,1059	,1043	,1055

Moyenne globale = ,1063

Tableau d'analyse de variance pour le fer total

Source de variation	Degré de liberté	Carré moyen
Entre bouteilles	18	$2{,}960 \times 10^{-3}$
À l'intérieur des bouteilles	38	$9{,}649 \times 10^{-4}$
Total	56	
Valeur de F calculée =	3,068	
F.95 (18,38) =	1,883	

L'hypothèse nulle d'une différence de 0 entre les bouteilles est rejetée pour le fer

Tableau d'analyse de variance pour l'uranium

Source de variation	Degré de liberté	Carré moyen
Entre bouteilles	18	$1{,}772 \times 10^{-6}$
À l'intérieur des bouteilles	38	$1{,}250 \times 10^{-6}$
Total	56	
À l'intérieur des bouteilles =	1,418	
F.95 (18,38) =	1,883	

L'hypothèse nulle d'une différence de 0 entre les bouteilles est acceptée pour l'uranium

Tableau 7b – Confirmation de l'homogénéité en fer total de UTS-4

Nº de la bouteille	Fer total (%)			
	Valeur par essai			Valeur moyenne
51	2,64	2,61	2,63	2,53
119	2,63	2,61	2,58	2,61
187	2,62	2,62	2,60	2,61
255	2,57	2,59	2,60	2,59
323	2,58	2,59	2,55	2,57
391	2,58	2,60	2,58	2,59
459	2,56	2,55	2,59	2,57
527	2,58	2,57	2,59	2,58
595	2,55	2,58	2,60	2,58
663	2,59	2,61	2,62	2,61
731	2,59	2,61	2,63	2,61
799	2,63	2,61	2,61	2,62
867	2,64	2,62	2,60	2,62
935	2,65	2,60	2,58	2,61
1003	2,59	2,60	2,57	2,59
1071	2,59	2,61	2,62	2,61
1139	2,61	2,63	2,63	2,62
1207	2,61	2,58	2,58	2,59
1275	2,61	2,61	2,64	2,62

Moyenne globale = 2,60

Tableau d'analyse de variance pour le fer total

Source de variation	Degré de liberté	Carré moyen
Entre bouteilles	18	$1{,}040 \times 10^{-3}$
À l'intérieur des bouteilles	38	$3{,}491 \times 10^{-4}$
Total	56	
Valeur de F calculée =	2,980	
F.95 (18,38) =	1,883	

L'hypothèse nulle d'une différence de 0 entre les bouteilles est rejetée pour le fer

PARTIE A

VALEURS RECOMMANDÉES POUR LES ÉLÉMENTS-CONSTITUANTS DES RÉSIDUS UTS-1 À UTS-4

PROGRAMME INTERLABORATOIRE

La liste des laboratoires ayant participé au programme d'analyse des éléments-constituants est donnée par ordre alphabétique au tableau A-1. Un numéro de code sans relation avec l'ordre alphabétique a été attribué à chaque laboratoire.

On a demandé à chaque laboratoire de fournir les résultats de cinq expériences répétées pour autant d'éléments-constituants possibles parmi les suivants: fer total, titane, aluminium, calcium, baryum, uranium, thorium, soufre total et sulfate. Les laboratoires utilisaient les méthodes de leur choix pour analyser une bouteille de chacun des échantillons UTS-1, UTS-2, UTS-3 et UTS-4 et ils devaient fournir les résultats tels quels. De plus, on leur a demandé d'analyser UTS-4 quant au nickel et à l'arsenic. Certains laboratoires ont utilisé plus d'une méthode d'analyse: chaque ensemble de résultats était alors considéré comme statistiquement indépendant.

Les résultats de la confirmation d'homogénéité des échantillons de résidus ont été inclus dans le programme interlaboratoire. Cependant, pour éviter tout biais statistique, on a utilisé dans les calculs subséquents seulement cinq résultats choisis au hasard parmi les 57 disponibles. Les méthodes analytiques sont résumées aux tableaux A-2 à A-5. Les données méthodologiques sont présenté au tableau A-6. Elles sont valables pour tous les échantillons sauf en ce qui concerne le nickel et l'arsenic.

TRAITEMENT STATISTIQUE DES RÉSULTATS D'ANALYSE

On a calculé les valeurs connues et les paramètres statistiques associés de la façon décrite ci-dessus, après élimination des valeurs aberrantes. Tout groupe de résultats qui était nettement douteux pour des raisons méthodologiques a été rejeté. On a examiné les groupes présentant des variances anormalement élevées et on a rejeté les résultats aberrants particuliers. De plus, afin de ne pas fausser les statistiques, on n'a pas tenu compte dans les calculs subséquents des groupes de résultats dont les moyennes s'écartaient de plus du double de l'écart-type global par rapport à la moyenne calculée initialement. Tous les résultats qui ont été rejetés sont identifiés dans les tableaux A-2 à A-5.

Les valeurs reconnues et les paramètres statistiques associés sont résumés au tableau A-7.

ANALYSE DES RÉSULTATS

Le tableau A-6 est un résumé d'une classification méthodologique des résultats analytiques acceptés dans lequel on a séparé les types de méthodes de décomposition, de séparation et de dosage. On n'a pas cherché à détecter une différence statistiquement importante entre les moyennes globales obtenues avec les méthodes les plus courantes pour un élément ou un constituant quelconque.

Les valeurs reconnues du programme interlaboratoire sont devenues des valeurs recommandées s'il y avait au moins neuf groupes de résultats et si l'on estimait que l'accord entre les laboratoires était raisonnable, compte tenu de l'expérience de ces laboratoires en analyse chimique. Les résultats pour le sulfate dans UTS-3 et le nickel dans UTS-4 ne satisfont pas ces critères.

Dans de nombreux cas, l'accord entre laboratoires n'est pas aussi bon que ce que l'on obtient en général dans les programmes interlaboratoires du PCMR, mais il reste néanmoins possible d'utiliser ces échantillons de résidus comme matériaux de référence. Des expériences passées au PCMR montrent que la grandeur de l'incertitude sur une valeur reconnue a peu d'effet sur l'estimation réelle de la valeur reconnue si le nombre de groupes de résultats est suffisament grand.

Valeurs approximatives

Le laboratoire 1 a fourni des valeurs approximatives pour les concentrations de SiO_2, Na_2O et K_2O. Ces valeurs sont données au tableau A-7.

Lutte contre les émissions de soufre

Le rapport entre le soufre sous forme de sulfate et le soufre total est un paramètre important du point de vue des risques environnementaux présentés par les résidus d'uranium et associés à la formation d'acide par oxydation. Les valeurs des rapports pour UTS-1 et UTS-4 montrent que la majeure partie du soufre est déjà présente sous forme de sulfate et qu'il devrait donc y avoir peu de risques de formation d'acide. La faible teneur en soufre total de UTS-3 est évidemment due à la séparation initiale de la pyrite par flottation. Par contre, UTS-2 contient des quantités non négligeables de soufre oxydable, source possible d'acide délétère. On étudie actuellement ce phénomène en détail dans la région d'Elliot Lake.

Tableau A-1 – Laboratoires participants

Acme Analytical Laboratories Ltd.
Vancouver (C.-B.)
(Dean Toye)
Contrat 15SQ.23440-2-9144-1

Assayers (Ontario) Limited
Toronto (Ontario)
(J. van Engelen)
Contrat 26SQ.23400-5-9101-2

Énergie atomique du Canada Limitée,
Société radiochimique
Kanata (Ontario)
(B.F. Raby)

Barringer Magenta Limited
Calgary (Alberta)
(C.D. Read)
Contrat 15SQ.23440-2-9144-3

Barringer Magenta Limited
Rexdale (Ontario)
(R.E. Lett)
Contrat 15SQ.23440-2-9144-3

Becquerel Laboratories Inc.
Mississauga (Ontario)
(R. Robertson)
Contrat 15SQ.23440-3-9116-1

Bondar-Clegg and Company Limited
Ottawa (Ontario)
(P. Haulena)
Contrat 15SQ.23440-3-9144-4

Bondar-Clegg and Company Limited
North Vancouver (Colombie-Britannique)
(K.E. Rogers)
Contrat 15SQ.23440-3-9144-5

CAN TEST Limited
Vancouver (Colombie-Britannique)
(R.S. Jornitz)
Contrat 15SQ.23440-3-9144-11

Chemex Laboratories Limited
North Vancouver (Colombie-Britannique)
(R.D. Morse)
Contrat 15SQ.23440-3-9144-6

Eco-Tech Laboratories Limited
Kamloops (Colombie-Britannique)
(F.J. Pezzotti)
Contrat 26SQ.23440-3-9101-1

Kamloops Research and Assay Laboratory Limited
Kamloops (Colombie-Britannique)
(D.A. Blundell)
Contrat 15SQ.23440-3-9144-7

Lakefield Research of Canada Limited
Lakefield (Ontario)
(A.E. Carr)
Contrat 26SQ-23440-3-9101-4

Materials Research Laboratory Limited
Nepean (Ontario)
(S.K. Singh)
Contrat 15SQ.23440-3-9144-8

Metriclab (1980) Inc.
Ste-Marthe-sur-le-lac (Québec)
(H. Blais)
Contrat 26SQ-23440-3-9101-3

Saskatchewan Research Council
Saskatoon (Saskatchewan)
(G. Smithson)
Contrat SQ.23440-3-9116-2

Technical Service Laboratories
Mississauga (Ontario)
(A.H. Debnam)
Contrat 15SQ.23440-3-9144-9

X-Ray Assay Laboratories Limited
Don Mills (Ontario)
(J.H. Opdebeeck)
Contrat 15SQ.23440-3-9144-10

Tableau A-2a – Résultats de laboratoire, moyennes et écarts-types pour le fer total et le titane dans UTS-1

FER(TOTAL)

						MOYENNE	E.-T.
LAB- 1 (PLASMA)	4.79	4.86	4.92	4.83	4.67	4.8140	.0934
LAB- 2 (AA)	4.74	4.83	4.74	4.83	4.83	4.7940	.0493
LAB- 3 (AA)	4.83	4.74	4.74	4.83	4.83	4.7940	.0493
LAB- 3 (PLASMA)	4.81	4.75	4.83	4.92	4.83	4.8280	.0610
LAB- 4 (AA)	4.80	4.84	4.72	4.80	4.80	4.7920	.0438
LAB- 5 (AA)	5.10	5.10	5.00	5.05	5.10	5.0700	.0447
LAB- 6 (TITR)	4.81	4.78	4.81	4.76	4.80	4.7920	.0217
LAB- 6 (AA)	4.75	4.74	4.83	4.81	4.87	4.8000	.0548
LAB- 7 (AA)	5.02	4.97	5.12	5.13	5.03	5.0540	.0688
*LAB- 8 (AA)	5.58	5.72	5.69	5.78	5.79	5.7120	.0847
LAB- 9 (PLASMA)	4.85	4.87	4.91	4.94	4.83	4.8800	.0447
LAB-10 (XRF)	4.995	4.985	4.955	4.935	4.965	4.9670	.0239
LAB-11 (PLASMA)	4.94	4.83	4.85	4.85	4.88	4.8700	.0430

TITANE

						MOYENNE	E.-T.
LAB- 1 (PLASMA)	0.57	0.56	0.55	0.58	0.55	.5620	.0130
LAB- 2 (AA)	0.58	0.58	0.58	0.58	0.58	.5800	0.0000
LAB- 3 (AA)	0.58	0.63	0.58	0.58	0.58	.5900	.0224
LAB- 3 (PLASMA)	0.535	0.555	0.552	0.544	0.561	.5494	.0101
*LAB- 4 (COLOR)	0.33	0.33	0.32	0.33	0.34	.3300	.0071
LAB- 5 (COLOR)	0.54	0.54	0.51	0.48	0.51	.5160	.0251
LAB- 6 (COLOR)	0.529	0.514	0.521	0.517	0.525	.5212	.0060
LAB- 7 (AA)	0.48	0.46	0.45	0.46	0.45	.4600	.0122
*LAB- 8 (AA)	0.33	0.33	0.32	0.32	0.32	.3240	.0055
LAB- 9 (PLASMA)	0.52	0.55	0.54	0.55	0.52	.5360	.0152
LAB-10 (XRF)	0.525	0.535	0.525	0.520	0.535	.5280	.0067
LAB-11 (PLASMA)	0.585	0.582	0.577	0.586	0.586	.5836	.0043

*Valeurs aberrantes non-utilisées

Tableau A-2b – Résultats de laboratoire, moyennes et écarts-types pour l'aluminium et le calcium dans UTS-1

ALUMINIUM						MOYENNE	E.-T.
LAB- 1 (PLASMA)	6.35	6.19	6.24	6.30	6.30	6.2760	.0619
LAB- 2 (AA)	6.162	6.293	6.293	6.192	6.293	6.2466	.0644
LAB- 3 (AA)	6.293	5.895	5.859	5.927	5.996	5.9940	.1746
LAB- 3 (PLASMA)	6.35	6.35	6.30	6.35	6.46	6.3620	.0589
LAB- 4 (AA)	5.92	6.08	6.00	6.12	5.88	6.0000	.1020
LAB- 5 (AA)	6.45	6.45	6.40	6.51	6.40	6.4420	.0455
LAB- 6 (AA)	6.36	6.37	6.34	6.39	6.38	6.3680	.0192
LAB- 7 (AA)	6.07	5.95	6.20	6.07	6.10	6.0780	.0893
LAB- 8 (AA)	6.34	6.43	6.23	6.26	6.35	6.3220	.0792
LAB- 9 (PLASMA)	6.32	6.34	6.32	6.31	6.30	6.3180	.0148
LAB-10 (XRF)	6.25	6.26	6.24	6.21	6.255	6.2430	.0199
LAB-11 (PLASMA)	6.28	6.22	6.27	6.25	6.27	6.2580	.0239

CALCIUM						MOYENNE	E.-T.
*LAB- 1 (PLASMA)	4.90	4.82	4.73	4.70	4.80	4.7900	.0787
LAB- 2 (AA)	5.32	5.32	5.32	5.32	5.32	5.3200	.0000
LAB- 3 (AA)	5.22	5.32	5.32	5.32	5.32	5.3000	.0447
LAB- 3 (PLASMA)	5.30	5.28	5.27	5.22	5.17	5.2480	.0526
LAB- 4 (AA)	5.00	5.04	5.04	5.12	5.08	5.0560	.0456
LAB- 5 (AA)	5.14	5.18	5.22	5.14	5.14	5.1640	.0358
LAB- 6 (AA)	5.17	5.11	5.10	5.16	5.12	5.1320	.0311
LAB- 7 (AA)	5.36	5.39	5.36	5.46	5.54	5.4220	.0776
LAB- 8 (AA)	5.21	5.27	5.27	5.19	5.08	5.2040	.0780
LAB- 9 (PLASMA)	5.27	5.36	5.33	5.30	5.30	5.3120	.0342
LAB-10 (XRF)	5.225	5.235	5.205	5.19	5.24	5.2190	.0210
LAB-11 (PLASMA)	5.26	5.21	5.25	5.25	5.20	5.2340	.0270

*Valeurs aberrantes non-utilisées

Tableau A-2c – Résultats de laboratoire, moyennes et écarts-types pour le baryum et l'uranium dans UTS-1

BARYUM						MOYENNE	E.-T.
LAB- 1 (PLASMA)	324.0	321.0	325.0	324.0	324.0	323.60	1.5166
LAB- 4 (XRF)	360.	400.	340.	400.	370.	374.00	26.0768
LAB- 5 (XRF)	370.0	390.0	400.0	390.0	390.0	388.00	10.9545
LAB- 6 (AE)	370.0	370.0	370.0	370.0	370.0	370.00	0.0000
LAB- 7 (AA)	330.	390.	360.	360.	300.	348.00	34.2053
*LAB- 8 (AA)	485.0	483.0	488.0	490.0	491.0	487.40	3.3615
LAB- 9 (PLASMA)	296.0	292.0	297.0	296.0	294.0	295.00	2.0000
LAB-10 (XRF)	350.	350.	360.	350.	350.	352.00	4.4721
LAB-11 (PLASMA)	342.	343.	342.	345.	349.	344.20	2.9496
LAB-15 (XRF)	294.	314.	333.	314.	282.	307.40	19.7939
LAB-17 (AA)	226.	242.	248.	281.	237.	246.80	20.7533
LAB-18 (XRF)	220.	220.	200.	230.	220.	218.00	10.9545

URANIUM						MOYENNE	E.-T.
*LAB- 1 (PLASMA)	78.0	74.0	82.0	80.0	77.0	78.20	3.0332
LAB- 2 (FLUOR)	55.0	50.0	45.0	50.0	50.0	50.00	3.5355
LAB- 2 (NAA)	48.9	48.4	50.8	48.6	45.2	48.38	2.0179
LAB- 3 (FLUOR)	65.0	60.0	65.0	50.0	55.0	59.00	6.5192
LAB- 3 (NAA)	51.3	53.7	49.5	51.2	48.8	50.90	1.9013
LAB- 4 (FLUOR)	53.0	54.0	50.0	46.0	47.0	50.00	3.5355
LAB- 5 (FLUOR)	31.0	29.0	28.0	30.0	29.0	29.40	1.1402
LAB- 6 (NAA)	50.0	53.0	49.0	50.0	52.0	50.80	1.6432
LAB- 6 (NAA)	54.	53.	48.	47.	49.	50.20	3.1145
LAB- 7 (FLUOR)	30.	41.	50.	31.	44.	39.20	8.5849
LAB- 8 (FLUOR)	52.3	53.6	53.9	54.6	48.0	52.48	2.6395
LAB- 9 (FLUOR)	54.0	63.0	65.0	59.0	60.0	60.20	4.2071
LAB-10 (NAA)	51.7	49.2	49.3	51.5	50.7	50.48	1.1841
*LAB-11 (FLUOR)	23.0	25.0	24.0	22.0	25.0	23.80	1.3039

*Valeurs aberrantes non-utilisées

Tableau A-2d – Résultats de laboratoire, moyennes et écarts-types pour le thorium et le soufre total dans UTS-1

THORIUM

						MOYENNE	E.-T.
LAB- 1 (PLASMA)	165.0	153.0	151.0	155.0	150.0	154.80	6.0166
LAB- 2 (NAA)	140.0	140.0	140.0	130.0	130.0	136.00	5.4772
LAB- 3 (NAA)	130.0	140.0	130.0	140.0	130.0	134.00	5.4772
LAB- 3 (PLASMA)	136.0	142.0	139.0	136.0	141.0	138.80	2.7749
LAB- 4 (XRF)	145.	143.	135.	150.	136.	141.80	6.3008
LAB- 5 (XRF)	137.0	144.0	139.0	140.0	143.0	140.60	2.8810
LAB- 6 (NAA)	170.0	170.0	160.0	170.0	150.0	164.00	8.9443
*LAB- 7 (COLOR)	108.	94.	99.	97.	102.	100.00	5.3385
LAB- 8 (COLOR)	138.0	143.0	126.0	123.0	126.0	131.20	8.7579
LAB- 9 (RADIO)	119.0	145.0	122.0	100.0	105.0	118.20	17.5983
LAB-10 (NAA)	135.	131.	138.	139.	138.	136.20	3.2711
LAB-11 (NAA)	126.	125.	130.	131.	125.	127.40	2.8810

SOUFRE(TOTAL)

						MOYENNE	E.-T.
LAB- 1 (TITR)	0.888	0.887	0.955	0.944	0.964	.9276	.0373
LAB- 2 (TITR)	0.9	0.9	0.9	0.9	1.0	.9200	.0447
LAB- 3 (TITR)	0.9	1.0	0.9	0.9	1.0	.9400	.0548
LAB- 4 (TITR)	1.04	1.07	1.03	1.16	1.14	1.0880	.0589
LAB- 5 (TITR)	0.94	0.96	0.95	0.96	0.97	.9560	.0114
LAB- 6 (GRAV)	1.004	1.010	0.999	0.999	0.993	1.0010	.0064
LAB- 7 (GRAV)	0.99	1.00	0.99	1.05	1.01	1.0080	.0249
LAB- 8 (COLOR)	0.94	0.95	0.99	1.02	1.00	.9800	.0339
LAB- 9 (TITR)	0.98	1.01	1.00	1.04	1.00	1.0060	.0219
*LAB-10 (XRF)	1.625	1.645	1.645	1.68	1.615	1.6420	.0249
LAB-11 (TITR)	1.20	1.15	1.15	1.17	1.17	1.1680	.0205

*Valeurs aberrantes non-utilisées

Tableau A-2e – Résultats de laboratoire, moyennes et écarts-types pour les sulfates dans UTS-1

	SULFATES					MOYENNE	E.-T.
LAB- 1 (GRAV)	2.463	2.484	2.622	2.580	2.595	2.5488	.0708
LAB- 4 (TITR)	2.74	2.76	2.72	2.71	2.72	2.7300	.0200
*LAB- 5 (COMB)	0.88	0.93	0.87	0.91	0.91	.9000	.0245
LAB- 6 (GRAV)	2.695	2.683	2.721	2.715	2.728	2.7084	.0188
LAB- 7 (GRAV)	2.68	2.62	2.66	2.69	2.70	2.6700	.0316
*LAB- 8 (COLOR)	1.71	1.68	1.67	1.66	1.69	1.6820	.0192
LAB- 9 (GRAV)	2.56	2.50	2.47	2.49	2.51	2.5060	.0336
LAB-10 (GRAV)	2.61	2.52	2.38	2.635	2.57	2.5430	.1010
LAB-11 (GRAV)	2.65	2.70	2.64	2.65	2.64	2.6560	.0251
*LAB-15 (GRAV)	1.83	1.83	1.81	1.80	1.84	1.8220	.0164
LAB-16 (GRAV)	2.71	2.70	2.69	2.69	2.71	2.7000	.0100
*LAB-17 (COMB)	.262	.298	.300	.265	.290	.2830	.0182
LAB-18 (GRAV)	2.70	2.70	2.70	2.72	2.71	2.7060	.0089

*Valeurs aberrantes non-utilisées

Tableau A-3a – Résultats de laboratoire, moyennes et écarts-types pour le fer total et le titane dans UTS-2

FER(TOTAL)

						MOYENNE	E.-T.
LAB- 1 (PLASMA)	3.34	3.46	3.35	3.44	3.58	3.4340	.0974
LAB- 2 (AA)	3.04	3.13	3.13	3.13	3.13	3.1120	.0402
LAB- 3 (AA)	3.04	3.13	3.13	3.13	3.13	3.1120	.0402
LAB- 3 (PLASMA)	3.15	3.14	3.18	3.18	3.18	3.1660	.0195
LAB- 4 (AA)	3.24	3.24	3.12	3.16	3.16	3.1840	.0537
LAB- 5 (AA)	3.20	3.20	3.25	3.20	3.25	3.2200	.0274
LAB- 6 (TITR)	3.04	3.00	2.98	2.99	3.00	3.0020	.0228
LAB- 6 (AA)	3.05	3.05	3.14	3.04	3.06	3.0680	.0409
LAB- 7 (AA)	3.06	3.12	3.12	2.97	3.06	3.0660	.0615
LAB- 8 (AA)	3.65	3.56	3.60	3.49	3.57	3.5740	.0586
*LAB- 9 (PLASMA)	2.72	2.64	2.75	2.71	2.70	2.7040	.0404
LAB-10 (XRF)	3.055	3.10	3.085	3.075	3.04	3.0710	.0238
LAB-11 (PLASMA)	3.36	3.31	3.30	3.34	3.36	3.3340	.0279

TITANE

						MOYENNE	E.-T.
LAB- 1 (PLASMA)	0.22	0.22	0.21	0.22	0.21	.2160	.0055
LAB- 2 (AA)	0.14	0.14	0.14	0.14	0.14	.1400	.0000
LAB- 3 (AA)	0.14	0.14	0.14	0.14	0.14	.1400	.0000
LAB- 3 (PLASMA)	0.138	0.143	0.135	0.123	0.132	.1342	.0075
LAB- 4 (COLOR)	0.200	0.20	0.21	0.22	0.19	.2040	.0114
LAB- 5 (COLOR)	0.21	0.18	0.24	0.21	0.21	.2100	.0212
LAB- 6 (COLOR)	0.202	0.202	0.210	0.203	0.206	.2046	.0034
LAB- 7 (AA)	0.16	0.14	0.15	0.15	0.16	.1520	.0084
LAB- 8 (AA)	0.21	0.21	0.22	0.20	0.22	.2120	.0084
LAB- 9 (PLASMA)	0.22	0.21	0.21	0.20	0.22	.2120	.0084
LAB-10 (XRF)	0.22	0.22	0.215	0.22	0.22	.2190	.0022
LAB-11 (PLASMA)	0.152	0.157	0.152	0.147	0.152	.1520	.0035

*Valeurs aberrantes non-utilisées

Tableau A-3b – Résultats de laboratoire, moyennes et écarts-types pour l'aluminium et le calcium dans UTS-2

ALUMINIUM

						MOYENNE	E.-T.
LAB- 1 (PLASMA)	2.67	2.83	2.65	2.73	2.70	2.7160	.0706
LAB- 2 (AA)	2.64	2.56	2.64	2.64	2.56	2.6080	.0438
LAB- 3 (AA)	2.60	2.56	2.53	2.57	2.57	2.5660	.0251
LAB- 3 (PLASMA)	2.80	2.75	2.72	2.77	2.76	2.7600	.0292
LAB- 4 (AA)	2.56	2.60	2.56	2.60	2.52	2.5680	.0335
LAB- 5 (AA)	2.65	2.70	2.73	2.75	2.70	2.7060	.0378
LAB- 6 (AA)	2.74	2.77	2.79	2.79	2.80	2.7780	.0239
LAB- 7 (AA)	2.74	2.87	2.87	2.67	2.80	2.7900	.0863
LAB- 8 (AA)	2.69	2.76	2.66	2.76	2.72	2.7180	.0439
LAB- 9 (PLASMA)	2.80	2.78	2.76	2.79	2.81	2.7880	.0192
LAB-10 (XRF)	2.90 *	2.69	2.685	2.68	2.715	2.7340	.0938
LAB-11 (PLASMA)	2.80	2.79	2.79	2.76	2.80	2.7880	.0164

CALCIUM

						MOYENNE	E.-T.
LAB- 1 (PLASMA)	0.36	0.36	0.35	0.37	0.36	.3600	.0071
LAB- 2 (AA)	0.47	0.47	0.47	0.47	0.47	.4700	.0000
LAB- 3 (AA)	0.47	0.47	0.47	0.47	0.47	.4700	.0000
LAB- 3 (PLASMA)	0.403	0.415	0.415	0.423	0.413	.4138	.0072
LAB- 4 (AA)	0.386	0.384	0.380	0.386	0.370	.3812	.0067
LAB- 5 (AA)	0.43	0.43	0.39	0.39	0.43	.4140	.0219
LAB- 6 (AA)	0.427	0.426	0.425	0.424	0.427	.4258	.0013
LAB- 7 (AA)	0.43	0.43	0.43	0.37	0.41	.4140	.0261
LAB- 8 (AA)	0.45	0.45	0.47	0.47	0.46	.4600	.0100
LAB- 9 (PLASMA)	0.35	0.32	0.34	0.35	0.33	.3380	.0130
LAB-10 (XRF)	0.44	0.44	0.44	0.44	0.44	.4400	.0000
LAB-11 (PLASMA)	0.43	0.43	0.42	0.43	0.42	.4260	.0055

Tableau A-3c – Résultats de laboratoire, moyennes et écarts-types pour le baryum et l'uranium dans UTS-2

BARYUM

						MOYENNE	E.-T.
LAB- 1 (PLASMA)	482.0	475.0	471.0	471.0	466.0	473.00	5.9582
LAB- 4 (XRF)	500.	480.	450.	540.	510.	496.00	33.6155
*LAB- 5 (XRF)	630.0	620.0	630.0	620.0	620.0	624.00	5.4772
LAB- 6 (AE)	490.0	490.0	490.0	490.0	500.0	492.00	4.4721
LAB- 7 (AA)	400.	410.	420.	420.	440.	418.00	14.8324
LAB- 8 (AA)	544.0	540.0	526.0	526.0	533.0	533.80	8.1363
LAB- 9 (PLASMA)	432.0	431.0	419.0	433.0	434.0	429.80	6.1400
LAB-10 (XRF)	520.	530.	530.	520.	510.	522.00	8.3666
LAB-11 (PLASMA)	510.	536.	537.	540.	533.	531.20	12.1120
LAB-15 (XRF)	400.	394.	398.	384.	400.	395.20	6.7231
LAB-17 (AA)	367.	336.	351.	390.	348.	358.40	20.8399
LAB-18 (XRF)	480.	460.	460.	460.	440.	460.00	14.1421

URANIUM

						MOYENNE	E.-T.
*LAB- 1 (PLASMA)	67.0	68.0	66.0	71.0	65.0	67.40	2.3022
LAB- 2 (FLUOR)	55.0	60.0	55.0	55.0	55.0	56.00	2.2361
LAB- 2 (NAA)	56.0	54.0	52.3	55.3	59.6	55.44	2.7190
LAB- 3 (FLUOR)	60.0	50.0	60.0	60.0	50.0	56.00	5.4772
LAB- 3 (NAA)	53.7	53.8	53.3	54.5	54.0	53.86	.4393
LAB- 4 (FLUOR)	55.0	55.0	55.0	54.0	53.0	54.40	.8944
*LAB- 5 (FLUOR)	40.0	40.0	43.0	41.0	43.0	41.40	1.5166
LAB- 6 (NAA)	56.0	55.0	56.0	59.0	55.0	56.20	1.6432
LAB- 6 (NAA)	53.	54.	55.	53.	54.	53.80	.8367
*LAB- 7 (FLUOR)	56.	56.	73.	71.	67.	64.60	8.1425
LAB- 8 (FLUOR)	57.7	55.6	59.3	56.5	58.0	57.42	1.4237
LAB- 9 (FLUOR)	54.0	61.0	59.0	57.0	58.0	57.80	2.5884
LAB-10 (NAA)	56.0	56.9	55.4	56.5	56.6	56.28	.5891
*LAB-11 (FLUOR)	39.0	42.0	39.0	42.0	41.0	40.60	1.5166

*Valeurs aberrantes non-utilisées

Tableau A-3d – Résultats de laboratoire, moyennes et écarts-types pour le thorium et le soufre dans UTS-2

THORIUM

						MOYENNE	E.-T.
LAB- 1 (PLASMA)	189.0	182.0	182.0	197.0	191.0	188.20	6.3797
LAB- 2 (NAA)	170.0	170.0	180.0	170.0	170.0	172.00	4.4721
LAB- 3 (NAA)	170.0	170.0	160.0	160.0	180.0	168.00	8.3666
LAB- 3 (PLASMA)	179.0	179.0	179.0	187.0	173.0	179.40	4.9800
LAB- 4 (XRF)	177.	179.	185.	186.	188.	183.00	4.7434
LAB- 5 (XRF)	196.0	192.0	200.0	196.0	196.0	196.00	2.8284
LAB- 6 (NAA)	210.0	200.0	210.0	210.0	200.0	206.00	5.4772
LAB- 7 (COLOR)	132.	132.	123.	133.	126.	129.20	4.4385
LAB- 8 (COLOR)	171.0	171.0	157.0	160.0	164.0	164.60	6.3482
LAB- 9 (RADIO)	215.0	161.0	189.0	168.0	174.0	181.40	21.4313
LAB-10 (NAA)	166.	164.	171.	164.	161.	165.20	3.7014
LAB-11 (NAA)	159.	151.	162.	163.	157.	158.40	4.7749

SOUFRE(TOTAL)

						MOYENNE	E.-T.
LAB- 1 (TITR)	3.340	3.500	3.380	3.340	3.250	3.3620	.0907
LAB- 2 (TITR)	3.1	3.1	3.1	3.1	3.1	3.1000	.0000
LAB- 3 (TITR)	3.0	3.0	3.0	2.9	2.9	2.9600	.0548
LAB- 4 (TITR)	3.50	3.44	3.44	3.43	3.44	3.4500	.0283
LAB- 5 (TITR)	3.14	3.10	3.18	3.14	3.14	3.1400	.0283
LAB- 6 (GRAV)	3.364	3.308	3.362	3.255	3.362	3.3302	.0483
LAB- 7 (GRAV)	3.31	3.31	3.37	3.32	3.11	3.2840	.1004
LAB- 8 (COLOR)	3.43	3.41	3.50	3.31	3.36	3.4020	.0719
LAB- 9 (TITR)	3.17	3.26	3.31	3.29	3.21	3.2480	.0576
LAB-10 (XRF)	3.06	3.115	3.065	3.095	3.075	3.0820	.0228
LAB-11 (TITR)	3.17	3.15	3.20	3.25	3.15	3.1840	.0422

Tableau A-3e – Résultats de laboratoire, moyennes et écarts-types pour les sulfates dans UTS-2

	SULFATES					MOYENNE	E.-T.
*LAB- 1 (GRAV)	1.109	1.258	1.318	1.258	1.198	1.2282	.0790
LAB- 4 (TITR)	0.92	0.92	0.93	0.91	0.92	.9200	.0071
*LAB- 5 (COMB.)	0.31	0.36	0.31	0.35	0.35	.3360	.0241
LAB- 6 (GRAV)	0.895	0.911	0.902	0.925	0.912	.9090	.0113
LAB- 7 (GRAV)	0.94	0.95	0.96	0.94	0.94	.9460	.0089
LAB- 8 (COLOR)	0.88	0.89	0.92	0.86	0.86	.8820	.0249
LAB- 9 (GRAV)	0.68	0.70	0.75	0.71	0.69	.7060	.0270
LAB-10 (GRAV)	0.695	0.675	0.675	0.675	0.65	.6740	.0160
LAB-11 (GRAV)	0.91	0.90	0.91	0.92	0.90	.9080	.0084
LAB-15 (GRAV)	0.66	0.66	0.67	0.64	0.66	.6580	.0110
LAB-16 (GRAV)	0.892	0.901	0.900	0.901	0.896	.8980	.0039
*LAB-17 (COMB)	8.44	8.51	8.34	8.72	8.24	8.4500	.1822
LAB-18 (GRAV)	0.94	0.91	0.91	0.91	0.91	.9160	.0134

*Valeurs aberrantes non-utilisées

Tableau A-4a – Résultats de laboratoire, moyennes et écarts-types pour le fer total et le titane dans UTS-3

FER(TOTAL)						MOYENNE	E.-T.
LAB- 1 (PLASMA)	3.28	3.18	3.18	3.24	3.22	3.2200	.0424
LAB- 2 (AA)	3.31	3.31	3.31	3.31	3.31	3.3100	.0000
LAB- 3 (AA)	3.32	3.32	3.27	3.32	3.32	3.3100	.0224
LAB- 3 (PLASMA)	3.03	3.36	3.27	3.27	3.25	3.2360	.1228
LAB- 4 (AA)	3.08	3.16	3.20	3.12	3.20	3.1520	.0522
LAB- 5 (AA)	3.35	3.30	3.35	3.30	3.30	3.3200	.0274
LAB- 6 (TITR)	3.11	3.15	3.11	3.14	3.15	3.1320	.0205
LAB- 6 (AA)	3.15	3.17	3.18	3.10	3.10	3.1400	.0381
LAB- 7 (AA)	3.31	3.28	3.41	3.40	3.38	3.3560	.0577
*LAB- 8 (AA)	3.78	3.78	3.77	3.85	3.79	3.7940	.0321
LAB- 9 (PLASMA)	3.19	3.12	3.18	3.14	3.15	3.1560	.0288
LAB-10 (XRF)	3.425	3.405	3.38	3.355	3.39	3.3910	.0263
LAB-11 (PLASMA)	3.34	3.30	3.32	3.29	3.30	3.3100	.0200

TITANE						MOYENNE	E.-T.
LAB- 1 (PLASMA)	0.24	0.25	0.24	0.24	0.24	.2420	.0045
LAB- 2 (AA)	0.22	0.22	0.22	0.22	0.22	.2200	.0000
LAB- 3 (AA)	0.22	0.22	0.22	0.22	0.22	.2200	.0000
LAB- 3 (PLASMA)	0.195	0.204	0.204	0.206	0.211	.2040	.0058
*LAB- 4 (COLOR)	0.33	0.33	0.33	0.34	0.34	.3340	.0055
LAB- 5 (COLOR)	0.27	0.24	0.24	0.21	0.21	.2340	.0251
LAB- 6 (COLOR)	0.247	0.243	0.247	0.247	0.251	.2470	.0028
LAB- 7 (AA)	0.17	0.16	0.17	0.18	0.17	.1700	.0071
LAB- 8 (AA)	0.23	0.24	0.24	0.24	0.24	.2380	.0045
LAB- 9 (PLASMA)	0.25	0.24	0.24	0.24	0.25	.2440	.0055
LAB-10 (XRF)	0.245	0.245	0.245	0.245	0.25	.2460	.0022
LAB-11 (PLASMA)	0.203	0.208	0.209	0.209	0.2100	.2078	.0028

*Valeurs aberrantes non-utilisées

Tableau A-4b – Résultats de laboratoire, moyennes et écarts-types pour l'aluminium et le calcium dans UTS-3

ALUMINIUM

						MOYENNE	E.-T.
LAB- 1 (PLASMA)	5.61	5.61	5.56	5.61	5.56	5.5900	.0274
LAB- 2 (AA)	5.700	5.800	5.800	5.800	5.70	5.7600	.0548
LAB- 3 (AA)	5.531	5.605	5.541	5.573	5.594	5.5688	.0323
LAB- 3 (PLASMA)	5.93	6.03	5.98	5.98	6.03	5.9900	.0418
LAB- 4 (AA)	5.60	5.64	5.56	5.52	5.68	5.6000	.0632
LAB- 5 (AA)	6.00	6.03	6.00	6.09	6.00	6.0240	.0391
LAB- 6 (AA)	6.02	6.04	5.91	5.98	6.02	5.9940	.0518
LAB- 7 (AA)	5.40	5.53	5.40	5.27	5.27	5.3740	.1088
LAB- 8 (AA)	5.90	5.88	5.93	5.94	5.98	5.9260	.0385
LAB- 9 (PLASMA)	5.93	5.85	5.88	5.86	5.90	5.8840	.0321
LAB-10 (XRF)	5.87	5.885	5.875	5.875	5.915	5.8840	.0182
LAB-11 (PLASMA)	6.03	5.95	5.99	5.97	5.99	5.9860	.0297

CALCIUM

						MOYENNE	E.-T.
*LAB- 1 (PLASMA)	3.47	3.50	3.44	3.47	3.44	3.4640	.0251
LAB- 2 (AA)	4.09	4.00	4.09	4.00	4.18	4.0720	.0753
LAB- 3 (AA)	4.00	4.00	4.00	4.00	4.00	4.0000	0.0000
LAB- 3 (PLASMA)	3.92	3.99	3.81	3.99	3.97	3.9360	.0760
*LAB- 4 (AA)	3.44	3.52	3.44	3.56	3.56	3.5040	.0607
LAB- 5 (AA)	3.86	3.93	3.89	3.93	3.89	3.9000	.0300
LAB- 6 (AA)	4.07	4.02	4.05	4.02	4.08	4.0480	.0277
LAB- 7 (AA)	4.32	4.27	4.16	4.33	4.15	4.2460	.0862
LAB- 8 (AA)	4.08	4.09	4.02	4.12	4.09	4.0800	.0367
LAB- 9 (PLASMA)	3.97	3.92	4.01	3.96	3.95	3.9620	.0327
LAB-10 (XRF)	4.055	4.045	4.05	4.055	4.07	4.0550	.0094
LAB-11 (PLASMA)	4.00	3.95	3.97	3.96	3.99	3.9740	.0207

*Valeurs aberrantes non-utilisées

Tableau A-4c – Résultats de laboratoire, moyennes et écarts-types pour le baryum et l'uranium dans UTS-3

BARYUM

						MOYENNE	E.-T.
LAB- 1 (PLASMA)	191.0	202.0	191.0	196.0	191.0	194.20	4.8683
*LAB- 4 (XRF)	430.	430.	430.	420.	420.	426.00	5.4772
LAB- 5 (XRF)	230.0	230.0	240.0	240.0	220.0	232.00	8.3666
LAB- 6 (AE)	230.0	220.0	230.0	230.0	230.0	228.00	4.4721
LAB- 7 (AA)	250.	220.	210.	230.	210.	224.00	16.7332
LAB- 8 (AA)	273.0	279.0	264.0	286.0	280.0	276.40	8.3247
LAB- 9 (PLASMA)	204.0	178.0	186.0	167.0	185.0	184.00	13.5093
LAB-10 (XRF)	190.	180.	190.	180.	180.	184.00	5.4772
LAB-11 (PLASMA)	214.	214.	218.	212.	215.	214.60	2.1909
LAB-15 (XRF)	214.	218.	214.	216.	224.	217.20	4.1473
LAB-17 (AA)	219.	196.	218.	213.	185.	206.20	15.0233
LAB-18 (XRF)	160.	170.	170.	180.	180.	172.00	8.3666

URANIUM

						MOYENNE	E.-T.
LAB- 1 (PLASMA)	518.0	516.0	516.0	525.0	517.0	518.40	3.7815
LAB- 2 (FLUOR)	550.0	500.0	500.0	550.0	500.0	520.00	27.3861
LAB- 2 (NAA)	527.0	523.0	518.0	512.0	515.0	519.00	6.0415
LAB- 3 (FLUOR)	500.0	500.0	500.0	500.0	500.0	500.00	0.0000
LAB- 3 (NAA)	531.0	519.0	520.0	528.0	519.0	523.40	5.6833
LAB- 4 (FLUOR)	524.	528.	514.	516.	521.	520.60	5.7271
LAB- 5 (FLUOR)	485.0	515.0	485.0	485.0	490.0	492.00	13.0384
LAB- 6 (NAA)	516.0	518.0	521.0	492.0	500.0	509.40	12.6807
LAB- 6 (NAA)	513.	515.	519.	525.	518.	518.00	4.5826
LAB- 7 (FLUOR)	496.	500.	473.	480.	495.	488.80	11.6490
LAB- 8 (FLUOR)	546.0	569.0	548.0	574.0	543.0	556.00	14.3701
*LAB- 9 (FLUOR)	660.0	630.0	590.0	560.0	610.0	610.00	38.0789
LAB-10 (NAA)	551.	554.	550.	551.	550.	551.20	1.6432
LAB-11 (FLUOR)	450.	450.	460.	455.	450.	453.00	4.4721

*Valeurs aberrantes non-utilisées

Tableau A-4d – Résultats de laboratoire, moyennes et écarts-types pour le thorium et le soufre total dans UTS-3

THORIUM

						MOYENNE	E.-T.
LAB- 1 (PLASMA)	15.0	13.0	13.0	13.0	13.0	13.400	.8944
LAB- 2 (NAA)	9.0	9.0	9.0	9.0	9.0	9.000	0.0000
LAB- 3 (NAA)	10.0	9.0	9.0	9.0	9.0	9.200	.4472
*LAB- 3 (PLASMA)	25.3	26.7	22.7	25.2	25.2	25.020	1.4446
*LAB- 4 (XRF)	131.	148.	136.	137.	131.	136.600	6.9498
LAB- 5 (XRF)	11.0	7.0	12.0	4.0	4.0	7.600	3.7815
LAB- 6 (NAA)	9.0	18.0	9.0	18.0	18.0	14.400	4.9295
*LAB- 7 (COLOR)	39.	34.	34.	35.	46.	37.400	5.0794
LAB- 8 (COLOR)	9.4	9.7	8.4	9.1	8.7	9.060	.5225
LAB-10 (NAA)	9.15	8.9	9.4	8.95	6.95	9.070	.2080
LAB-11 (NAA)	11.0	8.	12.0	11.0	11.0	10.600	1.5166
LAB-12 (NAA)	8.6	7.3	9.1	8.5	9.5	8.600	.8307
LAB-13 (NAA)	8.92	9.16	9.01	9.17	8.90	9.032	.1283
LAB-14 (NAA)	10.2	9.9	9.2	10.4	10.2	9.980	.4712

SOUFRE(TOTAL)

						MOYENNE	E.-T.
LAB- 1 (TITR)	0.192	0.206	0.217	0.217	0.225	.2114	.0128
LAB- 2 (TITR)	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	.2000	.0000
LAB- 3 (TITR)	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	.2000	.0000
LAB- 4 (TITR)	0.266	0.262	0.260	0.243	0.253	.2568	.0090
LAB- 5 (TITR)	0.22	0.22	0.21	0.23	0.22	.2200	.0071
LAB- 6 (GRAV)	0.209	0.209	0.220	0.220	0.226	.2168	.0075
LAB- 7 (GRAV)	0.21	0.22	0.27	0.24	0.24	.2360	.0230
LAB- 8 (COLOR)	0.22	0.25	0.26	0.26	0.25	.2480	.0164
LAB- 9 (TITR)	0.27	0.24	0.24	0.25	0.27	.2540	.0152
LAB-10 (XRF)	0.22	0.21	0.215	0.195	0.205	.2090	.0096
*LAB-11 (TITR)	0.33	0.30	0.31	0.27	0.30	.3020	.0217

*Valeurs aberrantes non-utilisées

Tableau A-4e – Résultats de laboratoire, moyennes et écarts-types pour les sulfates dans UTS-3

	SULFATES					MOYENNE	E.-T.
*LAB- 1 (GRAV)	0.180	0.174	0.183	0.165	0.165	.1734	.0083
LAB- 4 (TITR)	0.021	0.022	0.012	0.013	0.016	.0168	.0045
LAB- 5 (COMB)	0.01	0.02	0.03	0.01		.0175	.0096
LAB- 6 (GRAV)	0.007	0.007	0.003	0.006	0.009	.0064	.0022
LAB- 7 (GRAV)	0.03	0.03	0.04	0.02	0.02	.0280	.0084
LAB- 9 (GRAV)	0.07	0.08	0.06	0.07	0.06	.0680	.0084
LAB-11 (GRAV)	0.082	0.086	0.082	0.086	0.082	.0836	.0022
LAB-15 (GRAV)	0.04	0.05	0.06	0.05	0.05	.0500	.0071
LAB-16 (TURBID)	0.013	0.012	0.014	0.014	0.013	.0132	.0008
*LAB-17 (COMB)	0.782	0.697	0.760	0.691	0.662	.7184	.0504
LAB-18 (GRAV)	0.03	0.035	0.03	0.03	0.03	.0310	.0022

*Valeurs aberrantes non-utilisées

Tableau A-5a – Résultats de laboratoire, moyennes et écarts-types pour le fer total et le titane dans UTS-4

FER(TOTAL)

						MOYENNE	E.-T.
LAB- 1 (PLASMA)	2.68	2.60	2.64	2.68	2.64	2.6480	.0335
LAB- 2 (AA)	2.69	2.72	2.69	2.69	2.69	2.6960	.0134
LAB- 3 (AA)	2.69	2.69	2.69	2.59	2.69	2.6700	.0447
LAB- 3 (PLASMA)	2.56	2.58	2.52	2.52	2.56	2.5480	.0268
LAB- 4 (AA)	2.56	2.56	2.56	2.60	2.56	2.5680	.0179
*LAB- 5 (AA)	2.90	3.00	3.00	2.95	2.95	2.9600	.0418
LAB- 6 (TITR)	2.53	2.54	2.55	2.52	2.53	2.5340	.0114
LAB- 6 (AA)	2.64	2.61	2.63	2.61	2.64	2.6260	.0152
LAB- 7 (AA)	2.66	2.51	2.75	2.73	2.72	2.6740	.0976
*LAB- 8 (AA)	3.16	3.14	3.13	3.24	3.16	3.1660	.0434
LAB- 9 (PLASMA)	2.50	2.46	2.54	2.25*	2.51	2.4520	.1165
LAB-10 (XRF)	2.755	2.765	2.755	2.73	2.73	2.7470	.0160
LAB-11 (PLASMA)	2.59	2.65	2.56	2.58	2.60	2.5960	.0336

TITANE

						MOYENNE	E.-T.
LAB- 1 (PLASMA)	0.26	0.26	0.27	0.28	0.27	.2680	.0084
LAB- 2 (AA)	0.18	0.22	0.22	0.22	0.18	.2040	.0219
LAB- 3 (AA)	0.22	0.22	0.22	0.22	0.22	.2200	.0000
LAB- 3 (PLASMA)	0.212	0.212	0.195	0.184	0.214	.2034	.0133
LAB- 4 (COLOR)	0.28	0.28	0.26	0.29	0.28	.2780	.0110
LAB- 5 (COLOR)	0.24	0.24	0.24	0.24	0.21	.2340	.0134
LAB- 6 (COLOR)	0.258	0.259	0.259	0.259	0.259	.2588	.0004
LAB- 7 (AA)	0.20	0.19	0.19	0.18	0.19	.1900	.0071
LAB- 8 (AA)	0.29	0.30	0.29	0.30	0.29	.2940	.0055
LAB- 9 (PLASMA)	0.26	0.26	0.26	0.26	0.27	.2620	.0045
LAB-10 (XRF)	0.26	0.265	0.265	0.26	0.26	.2620	.0027
LAB-11 (PLASMA)	0.196	0.186	0.184	0.186	0.189	.1682	.0047

*Valeurs aberrantes non-utilisées

Tableau A-5b – Résultats de laboratoire, moyennes et écarts-types pour l'aluminium et le calcium dans UTS-4

ALUMINIUM						MOYENNE	E.-T.
LAB- 1 (PLASMA)	6.09	5.98	6.03	6.03	5.93	6.0120	.0602
LAB- 2 (AA)	6.192	6.293	6.192	6.192	6.192	6.2122	.0452
*LAB- 3 (AA)	5.906	5.938	5.906	5.832	5.906	5.8976	.0392
LAB- 3 (PLASMA)	6.35	6.35	6.35	6.25	6.35	6.3300	.0447
LAB- 4 (AA)	6.20	6.20	6.20	6.28	6.24	6.2240	.0358
LAB- 5 (AA)	6.30	6.57	6.51	6.35	6.51	6.4480	.1163
LAB- 6 (AA)	6.30	6.36	6.37	6.33	6.33	6.3380	.0277
LAB- 7 (AA)	6.43	6.37	6.48	6.48	6.48	6.4480	.0487
LAB- 8 (AA)	6.48	6.44	6.41	6.49	6.46	6.4560	.0321
LAB- 9 (PLASMA)	6.31	6.26	6.28	6.32	6.34	6.3020	.0319
LAB-10 (XRF)	6.20	6.22	6.215	6.195	6.215	6.2090	.0108
LAB-11 (PLASMA)	6.18	6.21	6.12	6.18	6.25	6.1880	.0476

CALCIUM						MOYENNE	E.-T.
LAB- 1 (PLASMA)	1.53	1.52	1.55	1.57	1.57	1.5480	.0228
*LAB- 2 (AA)	6.64	6.74	6.64	6.64	6.64	6.6600	.0447
LAB- 3 (AA)	1.80	1.80	1.80	1.80	1.80	1.8000	.0000
LAB- 3 (PLASMA)	1.72	1.79	1.75	1.75	1.77	1.7560	.0261
LAB- 4 (AA)	1.68	1.68	1.64	1.68	1.68	1.6720	.0179
LAB- 5 (AA)	1.75	1.71	1.71	1.75	1.71	1.7260	.0219
LAB- 6 (AA)	1.71	1.74	1.72	1.73	1.74	1.7280	.0130
LAB- 7 (AA)	1.89	1.89	1.90	1.90	1.89	1.8940	.0055
LAB- 8 (AA)	1.82	1.84	1.84	1.87	1.83	1.8400	.0187
LAB- 9 (PLASMA)	1.74	1.71	1.70	1.75	1.78	1.7360	.0321
LAB-10 (XRF)	1.81	1.805	1.805	1.80	1.80	1.8040	.0042
LAB-11 (PLASMA)	1.73	1.77	1.73	1.73	1.74	1.7400	.0173

*Valeurs aberrantes non-utilisées

Tableau A-5c – Résultats de laboratoire, moyennes et écarts-types pour le baryum et l'uranium dans UTS-4

BARYUM						MOYENNE	E.-T.
LAB- 1 (PLASMA)	65.0	72.0	75.0	68.0	73.0	70.60	4.0373
LAB- 4 (XRF)	30.	20.	40.	30.	30.	30.00	7.0711
LAB- 5 (XRF)	70.0	90.0	70.0	100.0	90.0	84.00	13.4164
LAB- 6 (AE)	90.0	90.0	90.0	90.0	90.0	90.00	0.0000
LAB- 7 (AA)	50.	70.	50.	100.	60.	66.00	20.7364
LAB- 8 (AA)	16.0	17.0	15.0	15.0	15.0	15.60	.8944
LAB- 9 (PLASMA)	73.0	71.0	101.0	74.0	74.0	78.60	12.5817
LAB-10 (XRF)	80.	100.	90.	90.	90.	90.00	7.0711
LAB-11 (PLASMA)	80.3	80.8	90.6	80.8	81.7	82.84	4.3673
LAB-15 (XRF)	48.	49.	48.	48.	48.	48.20	.4472
LAB-17 (AA)	80.	77.	54.	34.	34.	55.80	22.2980
LAB-18 (XRF)	60.	70.	60.	80.	90.	72.00	13.0384

URANIUM						MOYENNE	E.-T.
LAB- 1 (PLASMA)	1065.0	1053.0	1020.0	1095.0	1080.0	1062.60	28.5710
LAB- 2 (FLUOR)	900.0	950.0	1000.0	1050.0	950.0	970.00	57.0088
LAB- 2 (NAA)	989.0	991.0	989.0	991.0	994.0	990.80	2.0494
LAB- 3 (FLUOR)	1050.0	1025.0	1050.0	1050.0	1050.0	1045.00	11.1803
LAB- 3 (NAA)	991.0	996.0	985.0	998.0	999.0	993.80	5.8052
LAB- 4 (FLUOR)	983.	988.	982.	990.	989.	986.40	3.6469
LAB- 5 (FLUOR)	965.0	960.0	930.0	950.0	980.0	957.00	18.5742
LAB- 6 (NAA)	1094.0	1054.0	1129.0	1036.0	1051.0	1072.80	38.0487
LAB- 6 (NAA)	1079.	1076.	1057.	1059.	1043.	1062.80	14.8054
LAB- 7 (FLUOR)	930.	910.	1000.	950.	955.	949.00	33.6155
LAB- 8 (FLUOR)	1047.0	1046.0	1049.0	1049.0	1035.0	1045.20	5.8481
LAB- 9 (FLUOR)	1015.0	1015.0	1045.0	1125.0*	1025.0	1045.00	46.3681
LAB-10 (NAA)	1039.	1037.	1028.	1036.	1035.	1035.00	4.1833
LAB-11 (FLUOR)	930.	920.	1000.	955.	950.	951.00	30.9031

Tableau A-5d – Résultats de laboratoire, moyennes et écarts-types pour le thorium et le soufre total dans UTS-4

THORIUM

						MOYENNE	E.-T.
LAB- 1 (PLASMA)	21.0	21.0	23.0	22.0	22.0	21.80	.8367
LAB- 2 (NAA)	14.0	15.0	14.0	14.0	14.0	14.20	.4472
LAB- 3 (NAA)	15.0	14.0	14.0	14.0	14.0	14.20	.4472
*LAB- 3 (PLASMA)	38.2	38.1	31.2	31.2	38.2	35.38	3.8160
LAB- 4 (XRF)	14.	16.	14.	15.	12.	14.20	1.4832
LAB- 5 (XRF)	21.0	21.0	20.0	20.0	22.0	20.80	.8367
LAB- 6 (NAA)	9.0	18.0	18.0	18.0	18.0	16.20	4.0249
*LAB- 7 (COLOR)	62.	64.	60.	58.	61.	61.00	2.2361
LAB- 8 (COLOR)	13.3	9.4	13.0	14.7	14.1	12.90	2.0676
LAB-10 (NAA)	14.5	14.5	14.3	14.6	14.4	14.46	.1140
LAB-11 (NAA)	17.0	16.0	17.0	16.0	16.0	16.40	.5477
LAB-12 (NAA)	9.2	8.6	7.8	9.3	9.9	8.96	.7956
LAB-13 (NAA)	14.8	15.0	17.6*	15.2	14.7	15.46	1.2116
LAB-14 (NAA)	15.0	15.4	15.5	15.0	15.9	15.36	.3782

SOUFRE(TOTAL)

						MOYENNE	E.-T.
LAB- 1 (TITR)	1.840	1.740	1.750	1.810	1.770	1.7820	.0421
LAB- 2 (TITR)	1.7	1.7	1.7	1.7	1.7	1.7000	.0000
LAB- 3 (TITR)	1.7	1.7	1.7	1.7	1.7	1.7000	.0000
LAB- 4 (TITR)	1.86	1.91	1.91	1.86	1.86	1.8800	.0274
LAB- 5 (TITR)	1.72	1.72	1.78	1.76	1.74	1.7440	.0261
LAB- 6 (GRAV)	1.761	1.814	1.867	1.708	1.760	1.7820	.0605
LAB- 7 (GRAV)	1.84	1.84	1.88	1.84	1.82	1.8440	.0219
LAB- 8 (COLOR)	1.77	1.79	1.79	1.83	1.78	1.7920	.0228
LAB- 9 (TITR)	1.85	1.84	1.81	1.80	1.83	1.8260	.0207
*LAB-10 (XRF)	3.12	3.19	3.13	3.105	3.12	3.1330	.0331
*LAB-11 (TITR)	2.27	2.30	2.26	2.35	2.25	2.2860	.0404
LAB-15 (COMB)	1.76	1.77	1.75	1.73	1.72	1.7460	.0207
LAB-16 (GRAV)	1.88	1.86	1.84	1.87	1.88	1.8660	.0167
LAB-17 (COMB)	2.17	1.93	2.01	1.84	1.82	1.9540	.1426
LAB-18 (COMB)	1.794	1.795	1.794	1.797	1.792	1.7944	.0018

*Valeurs aberrantes non-utilisées

Tableau A-5e – Résultats de laboratoire, moyennes et écarts-types pour les sulfates et le nickel dans UTS-4

SULFATES

						MOYENNE	E.-T.
LAB- 1 (GRAV)	5.231	4.913	4.973	5.183	4.943	5.0486	.1471
LAB- 4 (TITR)	5.30	5.35	5.25	5.30	5.33	5.3060	.0378
*LAB- 5 (COMB)	1.72	1.75	1.74	1.72	1.78	1.7420	.0249
LAB- 6 (GRAV)	5.270	5.303	5.250	5.354	5.248	5.2850	.0445
LAB- 7 (GRAV)	5.26	5.25	5.27	5.25	5.28	5.2620	.0130
LAB- 8 (COLOR)	3.61	3.60	3.63	3.62	3.63	3.6180	.0130
LAB- 9 (GRAV)	5.17	5.10	5.12	5.15	5.10	5.1280	.0311
LAB-10 (GRAV)	5.28	5.20	5.40	5.20	5.275	5.2710	.0819
LAB-11 (GRAV)	5.39*	5.27	5.28	5.24	5.27	5.2900	.0579
*LAB-15 (GRAV)	3.57	3.69	3.52	3.53	3.51	3.5640	.0740
LAB-16 (GRAV)	5.17	5.18	5.16	5.17	5.19	5.1740	.0114
*LAB-17 (COMB)	0.172	0.172	0.129	0.150	0.150	.1546	.0180
LAB-18 (GRAV)	5.16	5.17	5.20	5.18	5.19	5.1800	.0158

NICKEL

						MOYENNE	E.-T.
LAB- 1 (PLASMA)	175.0	178.0	175.0	176.0	185.0	177.80	4.2071
LAB- 2 (AA)	85.0	85.0	85.0	85.0	85.0	85.00	0.0000
LAB- 3 (AA)	85.0	85.0	85.0	85.0	85.0	85.00	0.0000
LAB- 3 (PLASMA)	121.0	121.0	122.0	121.0	122.0	121.40	.5477
LAB- 4 (AA)	140.	150.	140.	140.	140.	142.00	4.4721
LAB- 5 (AA)	150.0	170.0	150.0	150.0	180.0	160.00	14.1421
LAB- 6 (AA)	150.0	150.0	150.0	150.0	150.0	150.00	0.0000
LAB- 7 (AA)	160.0	160.0	160.0	160.0	160.0	160.00	0.0000
LAB- 8 (AA)	194.0	197.0	206.0	209.0	201.0	201.40	6.1887
LAB- 9 (AA)	214.0	200.0	204.0	195.0	201.0	202.80	7.0498
LAB-10 (AA)	130.	130.	130.	130.	130.	130.00	0.0000
LAB-11 (PLASMA)	195.	194.	192.	194.	192.	193.40	1.3416

*Valeurs aberrantes non-utilisées

Tableau A-5f – Résultats de laboratoire, moyennes et écarts-types pour l'arsenic dans UTS-4

ARSENIC

						MOYENNE	E.-T.
LAB- 1 (PLASMA)	44.0	43.0	44.0	39.0	41.0	42.20	2.1679
LAB- 4 (TITR)	34.0	32.0	39.0	32.0	39.	35.20	3.5637
LAB- 2 (AA)	33.6	32.8	32.0	33.6	32.0	32.80	.8000
LAB- 3 (AA)	36.8	36.8	36.8	33.6	34.4	35.68	1.5595
LAB- 5 (COLOR)	38.0	35.0	37.0	38.0	36.0	36.80	1.3038
LAB- 6 (NAA)	40.0	40.0	40.0	40.0	40.0	40.00	0.0000
LAB- 7 (COLOR)	35.0	40.0	37.0	31.0	33.0	35.20	3.4928
LAB- 8 (COLOR)	40.0	41.0	41.0	40.0	41.0	40.60	.5477
LAB- 9 (AA)	40.0	36.0	40.0	38.0	38.0	38.40	1.6733
LAB-10 (NAA)	40.5	41.0	42.0	40.5	41.	41.00	.6124
*LAB-11 (AA)	52.0	53.0	52.0	53.0	52.0	52.40	.5477

*Valeurs aberrantes non-utilisées

Tableau A-6a – Résumé des méthodes analytiques pour le fer total

Laboratoire	Décomposition	Séparation, réactifs méthode	Dosage
1	Fusion avec $LiBO_2$		ICP-AE
2,3b,6b	HNO_3 + $HC10_4$ + HF		AA
3a,11	HCl + HNO_3 + $HC10_4$ + HF		ICP-AE
4,5	Fusion avec Na_2O_2		AA
6a	Fusion avec Na_2O_2 + NaOH	Titrage au dichromate	Titrimétrie
7,8	Fusion avec Na_2O_2 ou Na_2O_2 + Na_2CO_3		
9	Fusion avec Li_2CO_3 + H_3BO_3		ICP-AE
10	Fusion (culots) avec $Li_2B_4O_7$		Xrf

Tableau A-6b – Résumé des méthodes analytiques pour le titane

Laboratoire	Décomposition	Séparation, réactifs méthode	Dosage
1	Fusion avec $LiBO_2$		ICP-AE
2,3b	HNO_3 + $HC10_4$ + HF		AA
3a,11	HC1 + HNO_3 + $HC10_4$ + HF		ICP-AE
4,5	Fusion avec Na_2O_2	Développement de la couleur avec H_2O_2	Colorimétrie
6	Fusion avec $K_2S_2O_7$	Développement de la couleur avec H_2O_2	Colorimétrie
7,8	Fusion avec Na_2O_2 ou Na_2O_2 + Na_2CO_3		AA
9	Fusion avec Li_2CO_3 + H_3BO_3		ICP-AE
10	Fusion (culots) avec $LiBO_2$		Xrf

Tableau A-6c – Résumé des méthodes analytiques pour l'aluminium

Laboratoire	Décomposition	Séparation, réactifs méthode	Dosage
1	Fusion avec $LiBO_2$		ICP-AE
2,3b,4,5,6	HNO_3 + $HC10_4$ + HF		AA
3a,11	HC1 + HNO_3 + $HC10_4$ + HF		ICP-AE
7,8	Fusion avec Na_2O_2 ou Na_2O_2 + Na_2CO_3		AA
9	Fusion avec Li_2CO_3 + H_3BO_3		ICP-AE
10	Fusion (culots) avec $LiBO_2$		Xrf

Tableau A-6d – Résumé des méthodes analytiques pour le calcium

Laboratoire	Décomposition	Séparation, réactifs méthode	Dosage
1	Fusion avec $LiBO_2$		ICP-AE
2,3b,4,5,6	HNO_3 + $HC10_4$ + HF		AA
3a,11	HC1 + HNO_3 + $HC10_4$ + HF		ICP-AE
7	HCl + HNO_3		AA
8	Fusion avec Na_2O_2 + Na_2CO_3		AA
9	Fusion avec Li_2CO_3 + H_3BO_3		ICP-AE
10	Fusion (culots) avec $LiBO_2$		Xrf

Tableau A-6e – Résumé des méthodes analytiques pour le baryum

Laboratoire	Décomposition	Séparation, réactifs méthode	Dosage
1	Fusion avec $LiBO_2$		ICP-AE
4,5,18		Spectrométrie à dispersion énergétique	Xrf
6	Fusion avec Na_2CO_3		Émission de flammes
7	Fusion avec $LiBO_2$		AA
8	Fusion avec $Na_2O_2 + Na_2CO_3$		AA
9	Fusion avec $Li_2CO_3 + H_3BO_3$		ICP-AE
10		Échantillon 8:2: pelletisation du liant	Xrf
11	$HC1 + HNO_3 + HC1O_4 + HF$		ICP-AE
16	$HF + H_2SO_4$; fusion du résidu avec Na_2CO_3	Précipitation de $BaCO_3$; dissolution dans HCl et précipitation sous forme de $BaSO_4$: filtration millipore	Xrf
17	$HNO_3 + HF + HC1$	Précipitation de $BaSO_4$; filtration et fusion avec $LiBO_2$; lixivation avec HNO_3	AA

Tableau A-6f – Résumé des méthodes analytiques pour l'uranium

Laboratoire	Décomposition	Séparation, réactifs méthode	Dosage
1	$HNO_3 + HC1O_4 + HF$		ICP-AE
2,3a,4,5,7,8			
9,11	$HNO_3 + HC1O_4 + HF$	Disque par fusion avec NaF-LiF	Fluorimétrie
2b,3b		Comptage retardé des neutrons	NAA
6a,6b,10		Activation neutronique	NAA

Tableau A-6g – Résumé des méthodes analytiques pour le thorium

Laboratoire	Décomposition	Séparation, réactifs méthode	Dosage
1,3a	$HNO_3 + HC1O_4 + HF$		ICP-AE
2,3b,12,13,14		Réacteur slowpoke, mesure du pic de ^{233}Pa à 312 keV	NAA
4,5		Spectrométrie à dispersion de longueur d'onde	Xrf
6,10,11		Activation neutronique	NAA
7	Fusion avec Na_2O_2	Développement de la couleur avec l'Arsenazo III	Colorimétrie
8	Fusion avec $Na_2O_2 + Na_2CO_3$	Développement de la couleur avec le thoron	Colorimétrie
9		Mesure directe	Spectrométrie α

Tableau A-6h – Résumé des méthodes analytiques pour le soufre total

Laboratoire	Décomposition	Séparation, réactifs méthode	Dosage
1,2,3,4,5 8,9,11,15 17,18	Combustion (four Leco)	SO_2 dissous dans HC1 + K1; I_2 titré par KIO_3	Combustion Titrimétrie
6,16	HNO_3 + Br_2; fusion des insolubles	Précipitation de $BaSO_4$	Gravimétrie
7	Fusion avec Na_2CO_2 + KNO_3	Précipitation de $BaSO_4$	Gravimétrie
10		Échantillon 8:2: pelletisation du liant oxydation de Cr	Xrf
16	HC1 + HNO_3 + Br_2	Réduction de Fe avec $H_2NOH.HC1$, précipitation de $BaSO_4$	Gravimétrie

Tableau A-6i – Résumé des méthodes analytiques pour les sulfates

Laboratoire	Décomposition	Séparation, réactifs méthode	Dosage
1,9,10,11, 15,16	Ébullition avec HC1 10 % pendant 1 h	Précipitation de $BaSO_4$	Gravimétrie
2,3	Minéraux sulfureux décomposés avec HI + $HgC1_2$	H_2S absorbé sous forme de CdS; oxydation avec I_2 en excès; I_2 restant titré par $Na_2S_2O_3$; sulfates = soufre total – sulfures	Combustion-titrimétrie
4,5	Minéraux sulfureux décomposés avec H_3PO_4 + Sn	Soufre résiduel par combustion (four Leco)	Combustion-titrimétrie
6	Lixiviation à l'eau chaude	Précipitation de $BaSO_4$	Gravimétrie
7	Minéraux sulfureux décomposés avec HC1; fusion du résidu avec Na_2CO_3 + KNO_3	Précipitation de $BaSO_4$	Gravimétrie
15,17,18	Ébullition avec HC1 10 % pendant 1 h; détermination du soufre dans le résidu par combustion dans le four Leco et iodométrie	Sulfates dans le soufre total moins le soufre après lixiviation à HC1	Combustion-titrimétrie
16	Ébullition avec HCl 10 % pendant 1 h	Précipitation des sulfates dissous sous forme de $BaSO_4$	Gravimétrie pour UTS-1, UTS-2 et UTS-3 Turbidimétrie pour UTS-4

Tableau A-6j – Résumé des méthodes analytiques pour le nickel

Laboratoire	Décomposition	Séparation, réactifs méthode	Dosage
1,3a,11	HNO_3 + $HC1O_4$ + HF		ICP-AE
2,3b,4,5 6,7,9,10	HNO_3 + $HC1O_4$ + HF		AA
8	Fusion avec Na_2O_2 + Na_2CO_3		AA

Tableau A-6k – Résumé des méthodes analytiques pour l'arsenic

Laboratoire	Décomposition	Séparation, réactifs méthode	Dosage
1	HNO_3 + $HC1O_4$ + HF		ICP-AE
2,3	Fusion avec $K_2S_2O_7$	Dégagement de vapeur d'arsine	AA
4,5,8	HNO_3 + $HC1O_4$ + HF	Vapeur d'arsine absorbée par un mélange dithiocarbonate d'argent – pyridine	Colorimétrie
6,10		Activation neutronique	NAA
7	HNO_3 + $HC1O_4$ + HF	Séparation de molybdoarsenate par extraction dans un mélange chloroforme – butanol et purification en phase aqueuse	Colorimétrie
9	HC1 + HNO_3	Dégagement de vapeur d'arsine	AA
11	HNO_3 + $HC1O_4$	Dégagement de vapeur d'arsine	AA

Tableau A-7a – Valeurs reconnues et paramètres statistiques associés pour UTS-1

Constituant	Nombre de groupes de résultats	Nombre total de résultats	Valeur reconnue	LC 95 % Inf.	LC 95 % Sup.	σA
Fe (total)	12	60	4,87 %	4,81	4,94	0,05
Ti	10	50	0,54 %	0,51	0,57	0,01
Al	12	60	6,24 %	6,15	6,33	0,06
Ca	11	55	5,24 %	5,17	5,31	0,04
S(total)	10	50	1,00 %	0,94	1,05	0,03
Sulfates	9	45	2,64 %	2,58	2,71	0,04
Ba	11	55	324 µg/g	288	360	13
U	12	60	49 µg/g	44	54	3
Th	11	55	138 µg/g	130	147	6

Tableau A-7b – Valeurs reconnues et paramètres statistiques associés pour UTS-2

Constituant	Nombre de groupes de résultats	Nombre total de résultats	Valeur reconnue	LC 95 % Inf.	LC 95 % Sup.	σA
Fe (total)	12	60	3,20 %	3,09	3,30	0,04
Ti	12	60	0,18 %	0,16	0,21	0,01
Al	12	59	2,71 %	2,65	2,76	0,04
Ca	12	60	0,42 %	0,39	0,44	0,01
S (total)	11	55	3,23 %	3,13	3,33	0,05
Sulfates	10	50	0,84 %	0,76	0,92	0,01
Ba	11	55	464 µg/g	425	504	12
U	10	50	56 µg/g	55	57	2
Th	12	60	174 µg/g	162	187	6

Tableau A-7c – Valeurs reconnues et paramètres statistiques associés pour UTS-3

Constituant	Nombre de groupes de résultats	Nombre total de résultats	Valeur reconnue	LC 95 % Inf.	LC 95 % Sup.	σA
Fe (total)	12	60	3,25 %	3,19	3,31	0,04
Ti	11	55	0,23 %	0,21	0,24	0,007
Al	12	60	5,80 %	5,66	5,94	0,04
Ca	10	50	4,03 %	3,96	4,10	0,04
S (total)	10	50	0,23 %	0,21	0,24	0,01
Sulfates	9	44	0,04 %	0,01	0,06	0,005
Ba	11	55	212 µg/g	192	232	8
U	13	65	513 µg/g	497	529	9
Th	11	55	10,0 µg/g	8,6	11,4	1,4

Tableau A-7d – Valeurs reconnues et paramètres statistiques associés pour UTS-4

Constituant	Nombre de groupes de résultats	Nombre total de résultats	Valeur reconnue	LC 95 % Inf.	LC 95 % Sup.	σA
Fe (total)	11	54	2,62 %	2,57	2,67	0,03
Ti	12	60	0,24 %	0,22	0,26	0,008
Al	11	55	6,29 %	6,20	6,38	0,05
Ca	11	55	1,75 %	1,69	1,81	0,02
S (total)	13	65	1,80 %	1,76	1,84	0,04
Sulfates	9	44	5,21 %	5,15	5,28	0,04
Ba	12	60	65 µg/g	50	80	10
U	14	69	1010 µg/g	984	1036	19
Th	12	59	15,4 µg/g	13,2	17,5	1,0
Ni	12	60	151 µg/g	125	176	5
As	10	50	38 µg/g	36	40	2

Tableau A-8 – Composition chimique approximative

Constituant	UTS-1	UTS-2	UTS-3	UTS-4
	masse %			
SiO_2	61,9	84,0	65,4	57,8
Na_2O	5,0	0,1	5,1	0,2
K_2O	2,0	2,0	0,3	0,4

PARTIE B

ACTIVITÉS DES RADIO-ISOTOPES DANS UTS-1, UTS-2, UTS-3 ET UTS-4

PROGRAMME INTERLABORATOIRE POUR LES RADIO-ISOTOPES

On a introduit un cinquième matériau, appelé UTS-5, dans le programme interlaboratoire. On a obtenu ce matériau en diluant un minerai de référence de composition connue du PCMR (DH-1a) contenant des quantités certifiées d'uranium, de thorium et de radium-226 (3,B-1) avec de la poudre de silice précipitée. Il est probable qu'il y ait équilibre séculaire dans les chaines de désintégration de l'uranium et du thorium. Par conséquent, on se sert de UTS-5 pour mesurer la qualité probable du programme interlaboratoire et aussi pour vérifier la possibilité d'utiliser la dilution dans la silice comme méthode antipollution. Les participants ne connaissaient pas la nature de UTS-5.

Huit laboratoires canadiens ont fourni des mesures d'activité des isotopes, dont sept sous contrat avec Approvisionnements et Services Canada (Tableau B-1). Tous les participants avaient de l'expérience dans les analyses radiochimiques des résidus d'uranium.

On avait demandé que les activités des isotopes (becquerels par gramme) soient mesurées dans quatre sous-échantillons de chaque matériau traités indépendamment. Pour la détermination des facteurs d'étalonnage des instruments, les laboratoires devaient se servir d'étalons reconnus ayant des incertitudes totales publiées (avec une estimation de la précision au niveau de confiance de 99 %) inférieures à 5 %. On devait accumuler suffisamment de données pour que l'élément d'incertitude dû à la statistique dans chaque résultat soit inférieur à 2 % (avec un intervalle de confiance de 1σ). Quant au reste, on comptait sur la compétence des participants pour qu'ils fournissent des résultats précis et non biaisés, dans les limites de leurs capacités.

Dans le cadre de ce projet, on a mesuré l'activité des isotopes radioactifs suivants: thorium-230, radium-226, plomb-210, et polonium-210 (désintégration de l'uranium-238); thorium-232, radium-228, et thorium-228 (désintégration du thorium-232, mesurées dans UTS-1, UTS-2 et UTS-5 seulement). De plus, un laboratoire a mesuré l'activité du thorium-232 et du thorium-228 dans UTS-3 et UTS-4, et du protactinium-231 dans tous les matériaux.

Les résultats d'analyse sont présentés aux tableau B-2 à B-11. Les étalons sont donnés au tableau B-14. Les méthodes de mesure radiochimiques sont résumées au tableau B-12; pour plus de détails, on consultera les rapports des adjudicataires et les références citées.

VALEURS RECONNUES DES ACTIVITÉS: TRAITEMENT STATISTIQUE DES RÉSULTATS

La moyenne générale de toutes les mesures individuelles, à l'exception des valeurs aberrantes statistiques, est définie comme la valeur reconnue de l'activité d'un isotope aux fins du présent programme. On s'est servi de la statistique '*r*' de Dixon pour les valeurs moyennes extrêmes de laboratoire pour identifier les groupes de valeurs ayant une faible probabilité d'appartenir à l'univers présumé des valeurs reconnues (B2). À cette fin, on s'est servi d'un niveau de signification $\alpha = 0{,}05$ ($r_{.05}$). On a exclu les groupes douteux du calcul de la valeur reconnue et de son incertitude. On a ainsi relevé quatre de ces valeurs apparamment aberrantes à ce niveau de confiance dans les 29 déterminations de la valeur reconnue (tableau B-17). Cependant, on considère que le résultat positif dans l'un des cas (Ra-228 dans UTS-1) est dû à une variance accidentellement faible dans le petit groupe de moyennes transmises par les laboratoires et le groupe de valeurs n'a donc pas été considéré comme aberrant.

Les résultats de l'analyse de variance (Tableaux B-15 et B-16) montrent que la composante de la variance entre les laboratoires est sensiblement plus élevée que la composante à l'intérieur des laboratoires, ce que l'on a toujours observé dans les programmes d'analyse chimique par consensus.

Les valeurs connues des activités pour UTS-1, UTS-2, UTS-3 et UTS-4, les estimations des incertitudes et les paramètres statistiques associés sont donnés au tableau B-18. Les limites de confiance (Lc) définissent un intervalle qui contiendra la moyenne dans 95 % des cas, si l'on répète un grand nombre de fois le même programme. L'écart-type relatif moyen à l'intérieur d'un laboratoire (CV, %) et l'écart-type relatif des déterminations individuelles à partir de la moyenne générale (RSD, %) indiquent dans quelle mesure une valeur particulière se rapproche respectivement de la valeur estimée au laboratoire et de la valeur reconnue, en moyenne, à des fins de comparaison.

Les résultats correspondants pour UTS-5 sont donnés séparémment au tableau B-19; une "estimation du biais" comparant les valeurs reconnues et prévues de l'activité est incluse pour ce matériau.

ANALYSE DES RÉSULTATS

Résultats pour UTS-5

UTS-5 a été introduit dans le programme de détermination des valeurs reconnues pour vérifier l'existence de biais possibles dans les méthodes utilisées par les laboratoires et, par conséquent, dans les valeurs reconnues. Des examens aux rayons gamma et des mesures de la concentration en uranium ont montré une dilution homogène de DH-1a (49,4 ± 0,6 %, 2σ) dans la silice lors de la préparation de ce matériau (B3). D'après les concentrations certifiées en uranium et en thorium de DH-1a et les périodes de désintégration publiées, les activités de l'uranium-238, de l'uranium-235 et du thorium-232 dans UTS-5 sont respectivement 15,86 ± 0,32, 0,744 ± 0,018 et 1,82 ± 0,10 Bq g^{-1}, les incertitudes étant établies au niveau de confiance de 99 % (B1, B4, B5, B6). La valeur reconnue pour le radium-226 dans DH-1a lors d'un programme de consensus auquel participaient 13 laboratoires était 31,5 ± 1,1 Bq g^{-1}, ce qui confirme l'équilibre séculaire uranium-radium (3). On en déduit qu'il y a une grande probabilité que le thorium-230 soit aussi en équilibre séculaire. Des mesures du taux d'émanation du radon avec DH-1a semblent indiquer que les activités du plomb-210 et du polonium-210 peuvent être inférieures de 3 à 5 % aux valeurs d'équilibre séculaire ou plus si ces taux existaient dans le minerai à l'état naturel (B7, B8, B9). Cependant, l'activité mesurée du polonium-210 dans DH-1a était de 31,3 ± 1,1 Bq g^{-1} (limites de confiance de 95 %), ce qui semble prouver qu'il y a équilibre (B9). Étant donné les périodes relativement courtes du radium-228 et du thorium-228 et la nature de DH-1a, il est hautement probable que ces isotopes soient en équilibre séculaire avec le thorium-232.

Les résultats du programme interlaboratoire pour UTS-5 sont comparés avec les conditions prévues (équilibre séculaire) au tableau B-19. Dans tous les cas, les moyennes reconnues sont en accord avec les valeurs prévues dans les limites de confiance de 95 %. Le biais estimé, c'est-à-dire l'écart relatif entre la moyenne reconnue et la valeur prévue, se situe nettement dans l'intervalle de confiance de 95 % estimé pour chaque isotope. Le biais estimé se rapproche de la limite de confiance de 95 % seulement pour le polonium-210. Le seul résultat de laboratoire dont nous disposons pour le protactinium-231 semble indiquer soit un léger biais méthodologique soit une activité inférieure à celle de l'équilibre pour cet isotope dans UTS-5.

On déduit que les moyennes reconnues, dans les intervalles de confiance déterminés statistiquement, peuvent être considérées comme des estimations sûres des activités dans les résidus dans la mesure où il y a peu de variation dans la matrice ni d'interférence spectrale.

Résultats pour les échantillons UTS-1 à UTS-4

Les valeurs recommandées des activités des isotopes dans les matériaux de référence UTS-1 à UTS-4 sont données au tableau B-18.

Les activités recommandées des isotopes de désintégration de l'uranium-238 dans UTS-1 varient peu, leurs intervalles de confiance de 95 % se chevauchant à environ 3,5 Bq g^{-1}. Par conséquent, le thorium-230, le radium-226, le plomb-210 et le polonium-210 sont proches de l'équilibre séculaire, voire en équilibre, dans UTS-1. Il se peut qu'il y ait une légère déperdition de thorium par rapport au radium dans UTS-2 ($^{230}Th/^{226}Ra$ = 0,8 ± 0,2). Il en est de même pour le plomb-210 et le polonium-210.

On trouve une déperdition du thorium-230 par rapport au radium-226 dans UTS-3 et UTS-4, avec des rapports d'activité respectifs 0,85 ± 0,07 et 0,59 ± 0,08 (2σ). De la même façon, il y a déperdition du thorium-230 par rapport au plomb-210 dans UTS-4 (Th/Pb 0,71 ± 0,14). Compte tenu des incertitudes de mesure, le polonium-210 est complètement en équilibre avec le plomb-210 dans les deux matériaux (rapport d'activité de 0,94 ± 0,09 et 0,95 ± 0,18 respectivement). De la même façon, il y a équilibre complet entre le plomb-210 et le radium-226 dans UTS-3 (rapport d'activité de 0,95 ± 0,06). Il se peut qu'il y ait une légère déperdition du plomb-210 dans UTS-4 ($^{210}Pb/^{226}Ra$ = 0,84 ± 0,09).

Il n'y a aucune preuve de déséquilibre entre le thorium-232, le radium-228 et le thorium-228 dans UTS-1 ou UTS-2. On a décidé d'introduire seulement les mesures de spectrométrie alpha du thorium-232 dans le programme d'analyses radiochimiques, les mesures par activation neutronique du thorium faisant partie du programme d'analyse chimique de ces matériaux. Les activités du thorium-232, calculées à partir des résultats d'analyses chimiques du thorium (Partie A, Tableau 2) et de la valeur de l'activité spécifique 4,04 Bq mg^{-1} (B5), sont 0,56 et 0,70 respectivement pour UTS-1 et UTS-2. Ces valeurs sont d'environ 25 % inférieures aux activités recommandées obtenues par des mesures radiochimiques; cependant, compte tenu des incertitudes, il y a un bon accord entre les deux ensembles de résultat.

Ces valeurs sont d'environ 25 % inférieures aux activités recommandées obtenues par des mesures radiochimiques; cependant, compte tenu des incertitudes, il y a un bon accord entre les deux ensembles de résultat.

Observations sur la précision et la justesse des mesures

En général, les intervalles de confiance sont une mesure de l'accord actuel entre les laboratoires participants sur les activités des isotopes dans ces matériaux canadiens. En moyenne (sur les cinq matériaux), les intervalles de confiance relatifs de 95 % sont les suivants: radium-226 (±6,5 %), thorium-230, plomb-210 et polonium-210 (tous environ ±13 %), thorium-232 par spectrométrie alpha (±19 %), thorium-228 (±24 %), et radium-228 (±34 %)*.

Les écarts-types relatifs des valeurs individuelles obtenues à partir des moyennes reconnues permettent de comparer dans quelle mesure une seule détermination peut se rapprocher d'une valeur actuellement reconnue par les laboratoires (tableaux B-18 et B-19). En moyenne, sur les cinq matériaux, ces écarts-types relatifs sont respectivement 17, 10, 10 et 12 % pour le thorium-230, le radium-226, le plomb-210 et le polonium-210. En moyenne, sur les trois matériaux, les valeurs sont 19, 20 et 22 % pour le thorium-232 (spectrométrie alpha), le radium-228 et le thorium-228.

De la même façon, les valeurs de l'écart-type relatif moyen à l'intérieur d'un laboratoire (CV, %) indiquent dans quelle mesure une détermination individuelle peut approcher la valeur moyenne d'un nombre de mesures à l'intérieur d'un laboratoire participant "moyen". Les moyennes calculées comme ci-dessus sont respectivement 10, 6, 7 et 5 % pour les isotopes de l'uranium-238 et 12, 11 et 10 % pour les isotopes du thorium-232.

À l'exception du plomb-210, les valeurs moyennes pour tous les matériaux ne nous permettent pas de déduire l'existence d'un biais méthodologique relatif entre les laboratoires. Dans le cas du plomb-210, les résultats moyens du laboratoire 2 étaient toujours les plus élevés pour tous les matériaux. S'il existe un biais relatif dans les autres déterminations, il est suffisamment faible pour être masqué par les incertitudes moyennes à l'intérieur du laboratoire. On peut observer des tendances partielles; cependant, le petit nombre de données ne nous permet pas de tirer de conclusions. Le fait que les valeurs moyennes sont, quant au reste, apparamment distribuées au hasard, milite en faveur de l'hypothèse que la moyenne reconnue, dans les limites des incertitudes statistiques, est le meilleur estimateur disponible de la véritable valeur à partir des données du programme. Les résultats pour UTS-5 démontrent la validité de cette hypothèse.

Cependant, il faut prendre note des résultats qui se trouvent en dehors du consensus, surtout si l'on tient compte de l'importance des composantes inter-laboratoires, de la variance et du petit nombre de laboratoires participants au programme. Si l'on incluait les ensembles de valeurs déclarées aberrantes, les valeurs recommandées resteraient dans les intervalles de confiance actuels de 95 %, mais les incertitudes seraient approximativement deux fois plus grandes. Les désaccords apparents ne semblent pas dûs à des différences constantes de méthodologie ou d'étalonnage.

Le degré relativement élevé d'accord entre les laboratoires dans les déterminations de l'activité du radium-226 est remarquable. Il y a probablement plusieurs raisons à cela: utilisation de méthodes éprouvées de séparation et de traçage, plus grande expérience avec cet isotope, utilisation d'étalons très précis provenant de la même source et, peut-être, une moindre sensibilité du radium-226 aux problèmes de matrice et d'interférence spectrale.

Bien entendu, la justesse des résultats est limitée par la justesse de l'étalonnage des instruments qui ont permis de les obtenir. La plupart des instruments ont été étalonnés avec des isotopes de référence du commerce pour lesquels les activités et les incertitudes totales sont certifiées (tableau B-19). Les incertitudes associées aux étalons ne sont pas explicitement incorporées aux incertitudes statistiques citées ici. Toute différence importante dans les paramètres d'étalonnage, d'un laboratoire à un autre, se reflèterait, bien entendu, dans la variance entre les laboratoires et serait ainsi incorporée dans l'incertitude de la valeur recommandée. Des biais constants sont apparamment masqués par des variances plus importantes entre les laboratoires, sauf pour le plomb-210.

Les étalons de radium du NBS utilisés dans le présent travail sont certifiés quant à la masse de radium; cependant, l'incertitude associée à l'activité spécifique et à la demi-vie du radium-226, estimée à ±0,44 % (3σ) augmente seulement légèrement l'incertitude relative de l'activité calculée (B10).

Les solutions étalons contenant du thorium-232, du radium-228 et du thorium-228 préparées à partir du nitrate de thorium hydraté (préparé en 1906) présentent des incertitudes sur l'activité qui se sont propagées à partir des incertitudes dans la masse de thorium présente** et dans l'activité spécifique du thorium-232 (B11, B12). Les incertitudes dans l'activité des trois isotopes sont probablement inférieures à 5 % compte tenu de l'âge du sel. Plusieurs laboratoires utilisent ce matériau (AM TYS-1) comme étalon pour les

Bien entendu, les intervalles de confiance sont pondérés par les nombres de déterminations et de laboratoires qui sont, dans ce programme, très différents pour les isotopes de l'uranium-238 et ceux du thorium-232 (11,B2).

**Dans un lot de ce matériau, on a trouvé environ 3,4 % de sulfate et 40,75 ± 0,05 % de thorium contre 39,45 % pour la formule $Th(NO_3)_4\ 6H_2O$ (B11).*

déterminations de l'activité des isotopes de thorium par spectrométrie alpha et la détermination de l'activité du radium-228 par comptage béta.

Le laboratoire 4 a déterminé l'activité d'une solution de thorium-228 par rapport à celle du thorium-232 dans une solution de nitrate de thorium à partir de rapports d'activité alpha mesurés par une méthode classique d'additions. On s'est ensuite servi des rapports d'activité du thorium-230 et du thorium-228 dans des échantillons ensemencés pour trouver l'activité du thorium-230. On a utilisé les rapports dans des échantillons non ensemencés pour corriger en fonction du thorium-228 naturel présent, mais cette interférence était négligeable, sauf dans le cas de UTS-5. On a déterminé les activités du thorium-232 et du thorium-228 dans UTS-1, UTS-2 et UTS-5 par rapport au thorium-230 à partir des rapports d'activité alpha dans les échantillons non ensemencés.

L'hypothèse d'équilibre séculaire est implicite lorsque les laboratoires utilisent des étalons chimiques. C'est le cas du laboratoire 1 (sable monazitique pour le thorium-228 et le radium-228), du laboratoire 4 (oxyde de thorium vieilli pour le radium-228), et du laboratoire 7 (BL-5 pour le thorium-230). L'âge des étalons dans les deux premiers cas et l'équilibre séculaire radium-226/uranium-238 indiqué dans le dernier cas nous permettent de conclure que cette hypothèse est probablement raisonnable (3).

Le laboratoire 8 a utilisé des sources fines commerciales d'américium-241 et de plomb-210 pour l'étalonnage géométrie/rendement de son spectromètre alpha et de son compteur proportionnel de particules béta, respectivement. Les étalonnages ont été confirmés avec une solution étalon de radium-226 et avec d'autres sources. Ce laboratoire a fait état d'un problème de changement manifeste de l'activité de la solution étalon de radium-226 conservée dans une bouteille en polyéthylène.

Les étalonnages pour la détermination des activités de plomb-210 et de polonium-210 ont été effectués exclusivement avec des solutions certifiées commerciales de plomb-210/bismuth-210/polonium-210 (AM RBZ), de polonium-210, ou de polonium-208. Le polonium est bien connu pour se déposer sur les parois des récipients et le certificat de la solution de référence du RBZ spécifie qu'il n'est pas garanti que le polonium reste en solution. Si cela se produit dans les solutions étalons mais pas dans les échantillons, on devrait noter un biais important dans les valeurs obtenues. On n'observe pas ce biais dans les résultats obtenus avec UTS-5.

On n'a pas noté de corrélation générale évidente entre la valeur de l'activité (ou la nature du matériau) et la grandeur de l'incertitude pour un isotope donné. Le laboratoire 5 a indiqué que les reproductibilités à l'intérieur du laboratoire pour le thorium-230 et le radium-226 dans UTS-4 étaient moins bonnes que prévu et qu'il y avait une différence entre l'activité du radium-226 dans UTS-3 et UTS-4 obtenues avec les rayons gamma et les activités obtenues par spectrométrie alpha. Les raisons des deux phénomènes sont inconnues. De la même façon, le laboratoire 6 a fait état d'une précision moins bonne que prévu dans la détermination par des essais répétés de l'activité du radium-226 et du plomb-210 dans UTS-2. Le laboratoire 8 a trouvé que le baryum naturel dans certains matériaux entraînait une baisse du pouvoir de résolution du spectromètre alpha suffisante pour qu'il soit nécessaire de corriger la courbe, ce qui augmente l'incertitude.

RÉFÉRENCES

B1. Steger, H.F., Bowman, W.A. et Zechanowitsch, G. "DH-la: a certified uranium-thorium reference ore"; CANMET Report 81-11E; CANMET, Énergie, Mines et Ressources Canada; 1981.

B2. Lark, P.D., Craven, B.R. et Bosworth, R.C.L. "The handling of chemical data"; Oxford, Permagon Press; 1968.

B3. Smith, C.W. "Evidence for the homogeneous distribution of gamma-active isotopes in UTS-5"; Division Report MRP/MSL 83-27(IR); CANMET, Énergie, Mines et Ressources Canada; 1983.

B4. Jaffey, A.H., Flynn, K.F., Glendenin, L.E., Bentley, W.C. et Essling, A.M. "Precision measurement of the half-lives and specific activities of uranium-235 and uranium-238"; Phys Rev C 3:4:1889-1906; 1971.

B5. Farley, T.A. "Half-period of Th-232"; Can J Phys 38:1059-1068; 1960.

B6. LeRoux, L.J. et Glendenin, L.E. "Half-life of thorium-232"; Proc Natl Conf Nucl Energy, Appl Isotopes Radiation; Pretoria; 60-67; 1963.

B7. McCorkell, R. "Radon-emanation rates of CCRMP ores"; Laboratoire des sciences minérales, CANMET, Énergie, Mines et Ressources Canada; communication personnelle; 1982.

B8. Grasty, R. "Radon-emanation rates of CCRMP ores by gamma ingrowth"; Section des méthodes géophysiques, Division de la géophysique et de la géochimie, Ressources, CGC; Énergie, Mines et Ressources Canada; communication personnelle; 1982.

B9. Dyck, W. "Po-210 and Ra-226 concentrations of and Rn-222 emanations from four CANMET U/Th reference ores"; CGC, op. cit., communication personnelle.

B10. Ramthun, H. "Half-life and specific activity of radium-226"; Nukleonik 8:244-247; 1966. (Chem. Abstr. 65:6599f; 1966).

B11. Hitchen, A. "Analysis of 1906-refined thorium nitrate for sulphate and thorium"; Laboratoire de chimie, Laboratoires des sciences minérales, CANMET, Énergie, Mines et Ressources Canada; communication personnelle; 1982.

B12. Trahey, N.M., Voeks, A.M. et Soriano, M.D. "Grand Junction/New Brunswick Laboratory, Interlaboratory Measurement Program, Part 1: Evaluation, Part 2: Methods Manual"; NBL-303 New Brunswick Laboratory U.S. Department of Energy; 1982.

Tableau B-1 – Laboratoires participant aux analyses radiochimiques*

Lab-1**	Nuclear Activation Services Hamilton (Ontario) (E.L. Hoffman)
Lab-2**	Chemex Laboratories Ltd. North Vancouver (Colombie-Britannique) (M. Legeyt)
Lab-3	Monenco Analytical Laboratories Calgary (Alberta) (J. Dean, N. Chiu) Contrat 15SQ.23440-2-9145-4
Lab-4	Département de physique, Université de Calgary Calgary (Alberta) (C.J. Bland, P. Jarvis) Contrat 15SQ.23440-2-9145-5
Lab-5	Conseil de recherches de la Saskatchewan Saskatoon (Saskatchewan) (G. Smithson, V. Penner, M. Knelson, R. Ortlepp, L. MacDonald) Contrat 15SQ.23440-9145-1
Lab-6	Eldorado Resources Ltd., Division de Recherche et développement Ottawa (Ontario) (M.C. Miedema, G.A. Dunlop, R. Jones, G.B. Moodie) Contrat 15SQ.23440-2-9145-2
Lab-7	CANMET, Laboratoires des sciences minérales, laboratoire de chimie Ottawa (Ontario) (J.L. Dalton, R. McCorkell, M. DeGagné)
Lab-8	Institut de recherche de Waterloo, Université de Waterloo Waterloo (Ontario) (H. Sharma, B. Hauk) Contrat 15SQ.23440-2-9145-6

**Contrat d'Approvisionnements et Services Canada, tel qu'indiqué; rapports des adjudicataires envoyés au Bureau du programme de recherches du CANMET et au bureau du Programme national de gestion des résidus d'uranium.*

***Sous-contrat par Materials Research Laboratories Ltd., Nepean (Ontario), (S.K. Singh), contrat 15SQ.23440-2-9145-3.*

Tableau B-2 – Résultats d'analyse, moyennes de laboratoire et écarts-types pour les isotopes de ^{238}U dans UTS-1

		Bq g^{-1}						Moyenne	Écart-type
^{230}Th	Lab-2 (α)	2,37	2,74	2,59	2,48			2,545	,158
	Lab-3 (α)	3,52	4,81	3,52	5,37			4,305	,935
	Lab-4 (α)	4,91	4,56	3,70	4,37			4,385	,509
	Lab-5 (α)	3,83	3,46	4,04	3,64			3,743	,249
	Lab-6 (α)	3,01	3,15	3,21	3,02			3,098	,098
	Lab-7 (α)	2,59	3,77	4,11	3,29			3,440	,659
	Lab-8 (α)	3,50	3,63	3,77	3,79			3,673	,135
^{226}Ra	Lab-1 (α)	2,9	3,3	4,8	3,7			3,68	,82
	Lab-3 (α)	4,03	3,81	3,42	3,59			3,713	,265
	Lab-4 (α)	3,88	3,60	3,80	4,13			3,853	,219
	Lab-5 (gα)	3,53	3,53	3,47	3,48	3,49		3,500	,028
	Lab-5 (γ)	3,49	3,52					3,505	,021
	Lab-6 (Rn)	3,38	3,65	3,44	3,33			3,450	,141
	Lab-7 (α)	3,81	3,40	3,96	3,85			3,755	,245
	Lab-8 (α)	3,79	4,04	3,59	4,15			3,893	,252
^{210}Pb	Lab-2 (β)	3,52	3,44	3,48	3,52			3,490	,038
	Lab-3 (β)	3,00	3,03	3,18	3,00			3,052	,086
	Lab-4 (α,^{210}Po)	3,33						3,33	
	Lab-5 (β)	3,31	2,94	3,07	3,15	3,12	2,90	3,082	,149
	Lab-6 (β)	3,27	3,24	3,23	3,15			3,223	,051
	Lab-7 (β)*	2,52	2,40	2,52	1,81			2,313	,340
	Lab-8 (β)	3,70	2,72	4,08	3,34			3,460	,579
^{210}Po	Lab-2 (α)	3,44	3,22	3,26	3,03			3,238	,168
	Lab-3 (α)	2,8	2,9	2,8	2,8			2,82	,05
	Lab-4 (α)	3,60	3,77	3,46	3,34			3,542	,185
	Lab-5 (α)	2,92	2,92	2,89	2,81	2,89	2,96		
		2,81						2,886	,057
	Lab-6 (α)	3,00	2,81	3,03	2,85			2,922	,109
	Lab-8 (α)	3,48	3,44	3,67	3,66			3,562	,120

**Valeurs aberrantes*

Tableau B-3 – Résultats d'analyse, moyennes de laboratoire et écarts-types pour les isotopes de ^{238}U dans UTS-2

		Bq g^{-1}						Moyenne	Écart-type
^{230}Th	Lab-2 (α)	3,26	3,22	3,44	3,33			3,312	,096
	Lab-3 (α)	5,84	3,57	5,96	4,70			5,108	1,120
	Lab-4 (α)	4,96	4,06	4,80	4,62			4,610	,392
	Lab-5 (α)	3,87	4,08	3,78	3,80	3,72		3,850	,139
	Lab-6 (α)	3,06	3,33	3,18	3,14			3,179	,113
	Lab-7 (α)	4,74	4,66	4,37	4,63			4,600	,160
	Lab-8 (α)	6,22	6,66	6,77	6,70			6,588	,249
^{226}Ra	Lab-1 (α)	5,9	5,5	5,9	7,3			6,15	,79
	Lab-3 (α)	6,36	4,91	4,74	4,55			5,140	,827
	Lab-4 (α)	6,25	5,84	6,06	6,07			6,055	,168
	Lab-5 (gα)	5,80	5,80	5,89	5,65			5,785	,100
	Lab-5 (γ)	5,64	5,00					5,320	,453
	Lab-6 (Rn)	5,01	6,06	5,06	7,01	4,77	6,19		
		5,68	3,48	5,76	5,13	5,42		5,416	,910
	Lab-7 (α)	6,10	5,66	6,07	6,03			5,965	,205
	Lab-8 (α)	5,35	4,72	5,06	4,88			5,003	,270
^{210}Pb	Lab-2 (β)	4,85	4,70	4,60	5,33			4,870	,323
	Lab-3 (β)	4,40	4,44	4,22	4,29			4,338	,101
	Lab-4 (α,^{210}Po)	4,51						4,51	
	Lab-5 (β)	4,62	4,67	4,49	4,65	4,93	4,71		
		4,69	4,82	4,85	4,76			4,721	,127
	Lab-6 (β)	5,48	4,19	3,69	3,99	5,17	4,00		
		5,59	4,84	4,66	3,15	3,97		4,430	,778
	Lab-7 (β)*	3,77	3,26	2,81	3,96			3,450	,519
	Lab-8 (β)	3,82	3,75	4,75	5,24			4,390	,727
^{210}Po	Lab-2 (α)	4,92	4,81	5,18	4,14			4,762	,443
	Lab-3 (α)	4,2	4,3	3,66	4,5			4,165	,359
	Lab-4 (α)	5,44	5,43	5,69	5,52			5,520	,120
	Lab-5 (α)	3,88	4,25	3,88	3,88	4,37	4,07		
		4,44	4,37	4,00				4,127	,224
	Lab-6 (α)	4,26	4,33	4,66	4,36			4,403	,177
	Lab-8 (α)	4,11	3,85	3,48	3,50			3,735	,302

Valeurs aberrantes

Tableau B-4 – Résultats d'analyse, moyennes de laboratoire et écarts-types pour les isotopes de ^{238}U dans UTS-3

		Bq g^{-1}						Moyenne	Écart-type
^{230}Th	Lab-2 (α)	10,2	10,0	10,5	11,0			10,42	,096
	Lab-3 (α)	11,4	12,1	11,9	12,2			11,90	,356
	Lab-4 (α)	11,6	13,0	13,7	13,2			12,88	,900
	Lab-5 (α)	11,5	11,7	12,6	11,3	11,1		11,64	,581
	Lab-6 (α)	10,9	10,6	10,4	10,4			10,58	,236
	Lab-7 (α)	12,5	10,7	11,1	9,7			11,00	1,160
	Lab-8 (α)	11,0	11,3	10,2	10,4			10,73	,512
^{226}Ra	Lab-1 (α)	14,6	14,6	14,6	7,3			12,8	3,7
	Lab-3 (α)	13,0	14,0	13,4	14,3			13,68	,585
	Lab-4 (α)	14,4	14,9	14,5	13,7			14,38	,499
	Lab-5 (gα)	12,9	12,5	12,8	12,9			12,78	,189
	Lab-5 (γ)	14,6	14,4					14,5	,14
	Lab-6 (Rn)	13,1	12,0	12,8	12,9			12,70	,483
	Lab-7 (α)	13,9	13,2	13,8	13,6			13,63	,310
	Lab-8 (α)	12,2	12,0	12,9	13,4			12,60	,668
^{210}Pb	Lab-2 (β)	13,1	13,9	14,1	13,3			13,60	,476
	Lab-3 (β)	11,5	12,1	12,3	13,2			12,28	,704
	Lab-4 (α,^{210}Po)	11,4						11,4	
	Lab-5 (β)	12,8	12,4	11,5	12,3	13,3	12,2		
		13,4	13,7	14,0				12,84	,814
	Lab-6 (β)	12,0	12,7	11,9	12,7			12,32	,435
	Lab-7 (β)	10,8	12,8	14,8	9,29			11,92	2,397
	Lab-8 (β)	13,9	13,2	13,1	11,9			13,02	,830
^{210}Po	Lab-2 (α)	13,2	13,6	13,7	12,7			13,30	,455
	Lab-3 (α)	11,7	10,1	11,8	10,9			11,12	,793
	Lab-4 (α)	11,8	11,0	11,2	11,2			11,30	,346
	Lab-5 (α)	11,84	11,84	11,84	11,65	12,02	11,84		
		12,21	12,21	11,47				11,88	,241
	Lab-6 (α)	11,11	9,99	11,03	10,99			10,78	,529
	Lab-8 (α)	12,8	13,1	12,3	12,3			12,62	,395

Tableau B-5 – Résultats d'analyse, moyennes de laboratoire et écarts-types pour les isotopes de ^{238}U dans UTS-4

		Bq g^{-1}						Moyenne	Écart-type
^{230}Th	Lab-2 (α)	22,5	23,4	22,8	23,2			22,98	,404
	Lab-3 (α)*	40,8	42,7	36,6	41,5			40,40	2,652
	Lab-4 (α)	24,2	24,2	24,5	23,1			24,00	,616
	Lab-5 (α)	16,6	16,5	18,6	20,6			18,08	1,941
	Lab-6 (α)	24,4	24,6	22,6	23,0			23,65	,998
	Lab-7 (α)	27,2	17,9	27,1	24,6			24,20	4,369
	Lab-8 (α)	23,6	26,2	24,1	24,7			24,65	1,127
^{226}Ra	Lab-1 (α)	36,6	47,6	47,6	40,2			43,0	5,51
	Lab-3 (α)	37,1	40,0	38,7	38,9			38,68	1,196
	Lab-4 (α)	39,4	39,9	40,4	39,1			39,70	,572
	Lab-5 (gα)	39,2	31,2	38,0	31,4	37,1	37,0		
		32,1						35,14	3,433
	Lab-5 (γ)	35,9	35,6					35,75	,212
	Lab-6 (Rn)	39,4	36,5	35,0	39,5			37,60	2,223
	Lab-7 (α)	38,0	39,7	39,3	39,6			39,15	,785
	Lab-8 (α)	40,5	39,4	42,7	40,7			40,82	1,374
^{210}Pb	Lab-2 (β)	36,7	35,3	36,6	37,0			36,40	,753
	Lab-3 (β)	33,0	30,7	32,0	33,7			32,35	1,303
	Lab-4 (α,^{210}Po)	30,6						30,6	
	Lab-5 (β)	30,4	29,2	28,8	34,6	33,4	28,9		
		31,5						30,97	2,303
	Lab-6 (β)	35,9	35,2	35,9	35,6			35,65	,332
	Lab-7 (β)	30,0	31,4	35,8	32,6			32,45	2,473
	Lab-8 (β)	28,8	28,2	26,9	29,7			28,40	1,175
^{210}Po	Lab-2 (α)	34,8	34,6	34,5	38,0			35,48	1,688
	Lab-3 (α)	23,5	25,4	23,0	24,5			24,10	1,068
	Lab-4 (α)	35,3	37,8	32,1	37,4			35,65	2,608
	Lab-5 (α)	29,6	30,3	28,9	28,1	31,1	27,8		
		29,6	29,6					29,38	1,090
	Lab-6 (α)	33,6	34,0	33,9	36,4			34,48	1,295
	Lab-8 (α)	27,9	27,4	26,9	27,6			27,45	,420

Valeurs aberrantes

Tableau B-6 – Résultats d'analyse, moyennes de laboratoire et écarts-types pour les isotopes de ^{238}U dans UTS-5

		Bq g^{-1}						Moyenne	Écart-type
^{230}Th	Lab-2 (α)	15,9	16,5	16,4	16,4			16,30	,271
	Lab-3 (α)	14,6	14,8	14,8	14,1			14,52	,613
	Lab-4 (α)	15,6	15,3	16,0	16,3			15,80	,440
	Lab-5 (α)	15,7	15,6	15,9	15,8	15,3	15,8	15,60	,294
		15,1							
	Lab-6 (α)	15,3	15,7	14,3	15,8			15,28	,685
	Lab-7 (α)	16,1	18,5	16,6	18,2			17,35	1,179
	Lab-8 (α)	13,0	12,4	13,4	12,2			12,75	,551
^{226}Ra	Lab-1 (α)	21,6	22,0	18,3	18,3			20,05	2,027
	Lab-3 (α)	13,9	14,2	14,7	15,3			14,52	,613
	Lab-4 (α)	16,7	16,9	16,5	16,6			16,68	,171
	Lab-5 (gα)	15,3	16,3	16,7	16,6	15,1	15,0	15,83	,784
	Lab-5 (γ)	17,8	17,5					17,65	,212
	Lab-6 (Rn)	16,2	14,8	16,1	15,0			15,52	,727
	Lab-7 (α)	15,6	16,3	15,8	16,5			16,05	,420
	Lab-8 (α)	16,1	15,3	15,1	15,7			15,56	,444
^{210}Pb	Lab-2 (β)	16,4	17,0	17,3	16,9			16,90	,374
	Lab-3 (β)	13,4	13,9	13,8	14,8			13,96	,591
	Lab-4 (α,^{210}Po)	13,8						13,8	
	Lab-5 (β)	14,0	14,1	14,4	14,5	14,6	14,5		
		13,7							
	Lab-6 (β)	14,3	14,8	14,7	14,7			14,27	,327
	Lab-7 (β)	17,7	13,7	13,0	16,8			14,62	,222
	Lab-8 (β)	11,4	10,5	9,2	11,9			15,30	2,299
								10,75	1,185
^{210}Po	Lab-2 (α)	15,7	17,7	16,6	17,7			16,92	,967
	Lab-3 (α)	11,3	10,4	11,5	14,2			11,85	1,638
	Lab-4 (α)	14,2	14,8	15,2	14,5			14,68	,427
	Lab-5 (α)	11,5	12,6	13,0	12,6	11,8	11,8		
		13,0							
	Lab-6 (α)	14,5	15,1	16,2	15,5			12,33	,618
	Lab-8 (α)	11,9	12,4	12,6	10,1			15,32	,714
								11,75	1,139

Tableau B-7 – Résultats d'analyse, moyennes de laboratoire et écarts-types pour les isotopes de ^{232}Th dans UTS-1

		Bq g^{-1}						Moyenne	Écart-type
^{232}Th	Lab-1 (α)	,514	,579	,551	,555			,550	,027
	Lab-2 (α)	,510	,586					,548	,054
	Lab-2 (γ, pr.déc.)	,570	,570					,570	
	Lab-3 (α)	,58	,82	,61	,93			,735	,168
	Lab-4 (α)	,810	,774	,614	,717			,729	,086
	Lab-5 (α)	,66	,55	,65	,65			,628	,052
	Lab-5 (NAA)	,61						,61	
	Lab-8 (α)	,75	,70	,73	,68			,715	,031
^{228}Ra	Lab-1 (β)	<1,	<1,	<1,	<1,				
	Lab-3 (β)	,74	,92	,74	,63			,758	,120
	Lab-4 (γ)	,736						,736	
	Lab-5 (β)	,54	,53	,55	,52	,57		,542	,019
	Lab-8 (β)	,88	,71	,69	,75			,758	,085
^{228}Th	Lab-2 (α)	,6	,6	,6	,6			,6	
	Lab-3 (α)	,64	,67	,67	,92			,725	,131
	Lab-4 (α)	,85	,79	,62	,75			,752	,097
	Lab-5 (α)	,65	,58	,65	,65			,632	,035
	Lab-8 (α)	1,22	,78	,77	,66			,858	,248

Tableau B-8 – Résultats d'analyse, moyennes de laboratoire et écarts-types pour les isotopes de ^{232}Th dans UTS-2

		Bq g^{-1}						Moyenne	Écart-type
^{232}Th	Lab-1 (NAA)	,693	,656	,680	,680			,677	,015
	Lab-2 (α)	,76	,69					,725	,050
	Lab-2 (γ, pr.déc.)	,688	,692					,690	,003
	Lab-3 (α)	,57	,65	1,20	,83			,812	,280
	Lab-4 (α)	1,10	,85	,98	,98			,978	,102
	Lab-5 (α)	,56	,68	,85	,84	,77		,740	,121
	Lab-5 (NAA)	,74						,74	
	Lab-8 (α)	,91	,91	1,27	1,26			1,088	,205
^{228}Ra	Lab-1 (β)	<1,	<1,	<1,	<1,			<1,	
	Lab-3 (β)	1,07	1,11	1,26	1,15			1,148	,082
	Lab-4 (γ)	1,26						1,26	
	Lab-5 (β)	,91	,80	,89	,80	,80	,85	,842	,050
	Lab-8 (β)	1,18	1,16	1,23	1,09			1,165	,058
^{228}Th	Lab-1 (α)	,6	,6	,6	,6			,6	
	Lab-3 (α)	,85	,81	1,27	1,18			1,028	,232
	Lab-4 (α)	1,07	,86	1,03	1,00			,990	,091
	Lab-5 (α)	,56	,68	,87	,79	,74		,728	,117
	Lab-8 (α)	1,23	1,29	1,21	1,44			1,293	,104

Tableau B-9 – Résultats d'analyse, moyennes de laboratoire et écarts-types pour les isotopes de ^{232}Th dans UTS-5

		Bq g^{-1}						Moyenne	Écart-type
^{232}Th	Lab-1 (NAA)	1,89	1,89	1,88	1,86			1,880	,014
	Lab-2 (α)	1,97	1,90					1,935	,050
	Lab-2 (γ, pr.déc.)	1,94	1,88					1,910	,042
	Lab-3 (α)	2,07	2,40	1,92	1,85			2,060	,244
	Lab-4 (α)	2,42	2,31	2,34	2,43			2,375	0,59
	Lab-5 (α)	1,69	1,72	1,93	1,71			1,762	,112
	Lab-5 (NAA)	1,76						1,76	
	Lab-8 (α)	1,82	1,46	2,01	1,35			1,660	,308
^{228}Ra	Lab-1 (β)	1,0	2,0	1,0	1,0			1,25	,500
	Lab-3 (β)	2,2	2,2	2,1	2,6			2,28	,222
	Lab-4 (γ)	2,95						2,95	
	Lab-5 (β)	1,70	1,59	1,66	1,59	1,66	1,88		
		1,59						1,667	,104
	Lab-8 (β)	1,95	1,73	1,80	1,85			1,833	,092
^{228}Th	Lab-1 (α)	1,8	1,8	1,8	1,8			1,80	
	Lab-3 (α)	1,97	2,40	2,04	1,85			2,065	,237
	Lab-4 (α)	2,55	2,40	2,47	2,55			2,492	,072
	Lab-5 (α)	1,69	1,72	2,02	1,98			1,852	,171
	Lab-8 (α)	1,61	1,53	1,84	1,87			1,712	,168

Tableau B-10 – Résultats d'analyse, moyennes de laboratoire pour ^{232}Th et ^{228}Th dans UTS-3 et UTS-4 (Lab. 3 seulement, spectroscopie alpha)

		Bq g^{-1}				Moyenne	Écart-type
UTS-3	^{232}Th	,15	,16	,22	,10	,16	,05
	^{228}Th	,13	,16	,23	,13	,16	,04
UTS-4	^{232}Th	,40	,56	,73	,48	,48	,07
	^{228}Th	,22	,27	,19	,26	,23	,04

Tableau B-11 – Résultats d'analyse et moyennes de laboratoire pour ^{231}Pa (Lab-3 seulement, spectroscopie alpha)

	Bq g^{-1}				Moyenne	Écart-type
UTS-1	,23	,23	,20	,18	,21	,03
UTS-2	,30	,37	,51	,31	,37	,11
UTS-3	,54	,78	,61	,85	,70	,15
UTS-4	2,2	2,3	2,1	2,8	2,4	,2

Tableau B-12 – Résumé des méthodes radiochimiques (a,b)

Lab-1 Décompositions par digestion répétée dans plusieurs acides: HC1, HNO_3, HF, H_2SO_4. Fusion des résidus avec $LiBO_2$. Dissolution dans HNO_3/HC1 10 %

Séparations: (aliquots volumétriques)

^{226}Ra	– (c), spectroscopie α.
^{228}Ra	– (c), (pas de ^{133}Ba), comptage des particules β.
^{232}Th, ^{228}Th	– chromatographie par échange d'ions en deux étapes; extraction par solvant (TTA), extrait concentré et évaporé sur un disque d'acier; spectroscopie α; ^{232}Th également par activation neutronique.

Lab-2 Décomposition par digestion répétée dans plusieurs acides: HNO_3, HF, $HC1O_4$ (0,25 à 0,5 g).

Séparations:

^{210}Pb	– d) (1).
^{210}Po	– dépôt de Ag avec de l'acide ascorbique comme réducteur (1), spectrométrie α.
^{230}Th	– coprécipitations successives avec du lanthane sous forme d'hydroxyde et de fluorure, Ba ajouté comme vecteur de réserve de Ra, précipité final recueilli sur un filtre de 0,45 μm pour spectrométrie α. ^{234}Th comme traceur par comptage des particules β. Les additions de ^{230}Th supposaient une auto-absorption négligeable.

Lab-3 Décompositions: pour Ra, Th: 2 g par fusion au KF et au pyrosulphate (2).
Pour Po, Pb: 1 g par digestion répétée: HNO_3, HF, $HClO_4$.

Séparations

^{226}Ra	– (c), spectrométrie α
^{228}Ra	– (e) (1,3,4,5), comptage des particules-β avec ^{228}Ac.
^{230}Th, ^{232}Th, ^{228}Th	– Dilution volumétrique du surnageant de (c) et division en deux portions égales, dont l'une ensemencée avec ^{228}Th. Après extraction par solvant (HDEHP) (5), coprécipitation du thorium avec l'hydroxyde céreux, précipité recueilli sur un filtre de 0,1 μm pour spectrométrie α (6).
^{210}Pb	– (d) (1).
^{210}Po	– coprécipitation avec PbS, dissolution dans HC1, dépôt de Ni pour spectrométrie α (7). ^{208}Po utilisé comme traceur.

Tableau B-12 (Suite)

Lab-4 Décompositions par traitement avec HF suivi de la fusion d'échantillon de 1 g au KF et au pyrosulphat (8,9).

Séparations:

^{226}Ra	– (c), spectrométrie α.
^{232}Th, ^{228}Th, ^{230}Th	– coprécipitation avec de l'hydroxyde céreux en présence de EDTA à partir du surnageant de (c) recueilli sur un filtre de 0,1 μm pour spectrométrie α.
^{210}Po	– coprécipitation avec du tellure en présence de SO_2, $TiCl_3$, filtration sur un filtre de 0,1 μm (^{208}Po utilisé comme traceur, spectrométrie α.)
^{228}Ra	– pas de séparation, spectrométrie γ de ^{228}Ac sur des échantillons de 40-75 g.
^{210}Pb	– indirectement, comme le ^{210}Po associé.

Lab-5 Décomposition d'échantillons de 1 g par digestion répétée avec HF, H_2HSO_4 puis fusion au pyrosulphate. Échantillons de radium dissous dans HNO_3, d'autres dans HC1.

Séparations:

^{226}Ra	– (c) (1) (comptage du total des particules alpha, avec correction pour la désintégration/ surcroît de radioactivité), (aussi, spectrométrie gamma, 10 g).
^{228}Ra	– (e) (1,5) (comptage des particules β avec ^{228}Ac).
^{210}Pb	– (d) (1) (comptage des particules β avec ^{210}Bi).
^{210}Po	– dépôt de Ag en présence d'acide ascorbique et de thioacétamide. (^{208}Po utilisé comme traceur.)
^{232}Th, ^{228}Th, ^{230}Th	– série de coprécipitations avec l'hydroxyde de fer et le sulfate de baryum, puis extraction par solvant (TTA), deuxième extraction avec HNO_3 2 M, coprécipitation avec de l'hydroxyde céreux, filtration sur un filtre de 0,1 μm pour spectrométrie α. (^{234}Th comme traceur). (^{232}Th également par activation neutronique).

Lab-6 Décompositions: pour Ra, par fusion avec le fondant Rushing, $Na_2CO_3/K_2CO_2/Na_2B_4O_7$ (10). Pour Th, Pb, par fusion au KF et au pyrosulphate (11). Pour Po, par digestion acide avec HF, HNO_3, H_2SO_4, HC1 (échantillons de 1-2 g).

Tableau B-12 (Suite)

Séparations:

^{226}Ra	– émanation de ^{222}Rn après 6 jours. Stockage de la solution débarrassée du radon dans un barboteur scellé, mesure de ^{222}Rn et des produits de filtration par scintillation α.
^{210}Pb	– (d).
^{210}Po	– dépôt de Ni à partir du mélange avec HC1 (^{208}Po comme traceur, spectrométrie α).
^{230}Th	– coprécipitation du thorium dans le surnageant de (c) avec de l'hydroxyde de titane à pH 14 et filtration pour spectrométrie alpha.

Lab-7 Décompositions: pour Ra, Th - digestion répétée dans un mélange d'acides avec HNO_2, HF, H_2SO_4, puis fusion au pyrosulphate et dissolution dans HC1. Pour Pb - digestion acide avec HNO_3, $HC1O_4$; traitement du résidu avec HF, H_2SO_4; dissolution dans HC1. (tous des échantillons de 1 g).

Séparations:

^{226}Ra	– (c) (1), spectrométrie α.
^{210}Pb	– (d) (1), comptage des particules β avec ^{210}Bi, pas de traceur de récupération.
^{230}Th	– coprécipitation avec du lanthane sous forme d'hydroxyde puis sous forme de fluorure, puis extraction par solvant (TTA), deuxième extraction avec HNO_3 (1), coprécipitation avec de l'hydroxyde de titane et filtration pour spectrométrie alpha.

Lab-8 Décompositions d'échantillons de 2 g par digestion acide répétée (HF, H_2SO_4), puis fusion au pyrosulphate et dissolution dans HC1 10 %.

Séparations:

^{226}Ra	– (c).
^{230}Th, ^{232}Th, ^{228}Th	– chromatographie par échange d'ions (cation, pH ambiant 2-3, élution des cations avec HC1 12 M, puis élution de Th avec de l'acide oxalique 0,5 M) (13). Destruction de l'oxalate avec HNO_3, extraction par solvant (TTA), deuxième extraction dans HNO_3 2 M et électro-déposition des isotopes de Th (14) pour spectrométrie α. (^{234}Th utilisé comme traceur.)
^{210}Pb	– chromatographie par échange d'anions avec l'éluant ci-dessus (pour éliminer U) et extraction de Bi par solvant (DDTC), évaporation sur disque d'acier pour comptage des particules β 20 minutes et 1 jour après extraction.
^{228}Ra	– (e).
^{210}Po	– dépôt de Ag, pH 0,3, 95°C, spectrométrie α, pas de traceur.

(a) Pour plus de détails, on consultera les références citées et les rapports des adjudicataires intitulés "Radiochemical determinations for tailings reference materials" (tableau 1, tableau 13).

(b) Abréviations: TTA, théonyltrifluoroacétone; HDEHP, acide phosphorique bis(2-éthyl-hexyl); DDTC, diéthyldithiocarbamate; EDTA, acide éthlyènediamine-tétraacétique; DTPA, acide diéthylènetriaminepenta- acétique; AAS spectrophotométrie d'absorption atomique.

(c) Le radium et les autres radio-isotopes sont coprécipités avec du sulfate de plomb; le précipité est dissous dans l'EDTA alcalin (ou DTPA) et le radium est coprécipité sélectivement avec du sulfate de baryum. Le précipité est recueilli sur un filtre à membrane pour la spectrométrie α ou le comptage du total des particules alpha. Le baryum-133, ajouté à l'étape de la décomposition, est généralement utilisé comme traceur de récupération, avec la spectrométrie gamma [par exemple (1)].

(d) Des vecteurs de plomb et de bismuth sont ajoutés avant la décomposition; l'échantillon dissous est dans HC1 2M. Extraction par solvant du bismuth (DDTC 0,1 %/$CHC1_3$); évaporation des extraits, décomposition avec HNO_3 et précipitation des hydroxydes de bismuth (pH 8). Le précipité est dissous dans HC1, et BiOC1 (précipité par dilution) est filtré pour un comptage de particules β émises par ^{210}Bi après désintégration des autres isotopes émetteurs de particules β. On corrige pour la désintégration de ^{210}Bi et l'on suit la récupération par SAA du vecteur de Bi (1b).

(e) Le Ba(Ra) SO_4 de (a) est redissous dans du DTPA alcalin après croissance de ^{228}Ac pendant 3 jours. Le Ba(Ra)SO_4 est éliminé par précipitation et ^{228}AC est séparé par extraction par solvant (HDEHP/alkanes), deuxième extraction dans HNO_3 1M et coprécipitation avec de l'oxalate de lanthane; filtration pour le comptage des particules β (1,5).

Tableau B-13 – Références pour les méthodes radiochimiques

1. Smithson, G.L., Dalton, J.L. et Mason, G.L. "Radiochemical procedures for determination of selected members of the uranium and thorium series", CANMET Report 78-22; CANMET, Énergie, Mines et Ressources Canada; 1979.

1(b) Smithson, G., Fahri, M. et Petrow, M. "Radiochemical determination of lead-210 in environmental samples and samples resulting from uranium mining-milling operations"; ibid, Appendix B.

2. Sill, C.W. "Determination of thorium and uranium isotopes in ores and mill tailings by alpha spectrometry"; Anal Chem 49:618-621; 1977.

3. Sill, CW. "Separation and radiochemical determination of uranium and the transuranium elements using barium sulphate"; Health Phys 17:89-97; 1969.

4. Sill, C.W. et Williams, R.L. "Radiochemical determination of uranium and the transuranium elements in process solutions and environmental samples"; Anal Chem 41:1624-1632; 1969.

5. Percival, D.R. et Martin, D.B. "Sequential determination of radium-226, radium-228, actinium-227, and thorium isotopes in environmental and process waste samples"; Anal Chem 46:1742-1749; 1974.

6. Sill, C.W. et Williams, R.L. "Preparation of actinides for alpha spectrometry without electrodeposition"; Anal Chem 53:412-415; 1981.

7. Health and Safety Laboratory, U.S.A.E.C. "HASL procedures manual, E-Po-02"; New York, N.T.I.S., U.S. Dept. Commerce; 1972.

8. Sill, C.W., Puphal, K.W. et Hindman, F.D. "Simultaneous determination of alpha-emitting nuclides of radium through californium in soil"; Anal Chem 46:1725-1737; 1974.

9. Bland, C.J. et Jarvis, P. "Determination of radium-226 activities in uranium bearing reference materials for certification purposes, final report by Physics Department, University of Calgary", Contrat MAS 17SQ 23440-2-9064-1, CANMET, Programme des minéraux et des sciences de la terre, Projet 380101, Matériaux de référence; 1983.

10. Rushing, D.R., Garcia, W.J. et Clark, D.A. "The analysis of effluents and environmental samples from uranium mills and of biological samples for radium, polonium, and uranium"; Proc Symp Radiol Health Safety Nucl Mater Mining Milling; I.A.E.A.; 26-31 août, 1963; Vienne; 2:187-230; 1964.

11. Sill, C.W. "Decomposition of refractory silicates in ultramicro analysis"; Anal Chem 33:1684-1686; 1961.

12. Donaldson, E.M. "Methods for the analysis of ores, rocks and related materials"; Monograph 881, second edition"; Ottawa, Approvisionnement et Services Canada; 1982.

13. Veska, E. "Origin and sub-surface migration of radionuclides from waste rock at an abandoned uranium mine near Bancroft, Ontario"; Thèse de doctorat,Université de Waterloo (Canada); 1983.

14. Puphal, K.W. et Olsen, D.R. "Electrodeposition of alpha-emitting nuclides from a mixed oxalate-chloride electrolyte"; Anal Chem 44:284-289; 1972.

Tableau B-14 – Étalons et traceurs de récupération utilisés pour les mesures radiochimiques

	Étalon (incertitude, %)* [traceur]						
	^{226}Ra	^{210}Pb	^{210}Po	^{230}Th	^{232}Th	^{228}Th	^{228}Ra
Lab 1	NBS 4964-b (0,5) [^{133}Ba]	–	–	–	st. monazite (1,2) [thorium]		[cf. ^{226}Ra]
Lab 2	–	AM RBZ (2,3) [Bi]	AM RBZ (2,3) [addn ét. ^{210}Po]	IPL (6) [^{234}Th]	–	–	–
Lab 3	NBS 4957 (1,8) [^{133}Ba]	AM RBZ (2,5) [Bi]	AM PMS (5) [ét. int. ^{208}Po]	AM RLZ (3,5) [^{228}Th int. std.]	AM TYS-1 (<) [cf. ^{230}Th]	AM RLS (3,5) [cf. ^{230}Th]	AM TYS-1 (%) [cf. ^{226}Ra]
Lab 4	NBS 4957 (1,8) [^{133}Ba]	–	AM PMS (5) [^{208}Po int. std.]	[^{228}Th int. std.]	nitrate de thorium [cf. ^{230}Th]	[cf. ^{230}Th]	THO_2 "vieilli" [sans sepn.]
Lab 5	NBS 4953-c (1,8) [^{133}Ba]	AM RBZ (2,3) [Bi]	AM RBZ (2,3) [^{208}Po]		AM TYS-1 (<5) [^{234}Th]		[cf. ^{226}Ra]
Lab 6	AM RAY-31 (5) [n.i.]	AMRBZ (1,9) [Bi]	AM PDZ (3,4) [^{208}Po]	USEPA 1838-3 (5,7) [^{234}Th]	–	–	–
Lab 7	NBS 4959 (1,3) [^{133}Ba]	AM RBZ (2,3) [n.i.]	–	PCMR BL-5 (?) [n.i.]	–	–	–
Lab 8	AM RAY-31 (5) [^{133}Ba]	NEN NES-200F (5) [n.i.]	[n.i.]	NEN NES-316 (4.5)	[^{234}Th]		NEN NES-200F (5) [c.f. ^{226}Ra]

**Abréviations: AM, Amersham Corp.; IPL, Isotope Product Laboratoires; NBS, National Bureau of Standards (U.S.; NEN, New England Nuclear Ltd.; USEPA, U.S. Environmental Protection Agency; n.i., non indiqué.*

Tableau B-15 – Résultats des analyses de variance, isotopes de la série ^{238}U*

		^{230}Th	^{226}Ra	$^{210}PbPb$	^{210}Po
UTS-1	Rapport	7,02	0,89	8,31 [0,8]	34,9
	$F_{,95}$	2,57	2,44	2,60 2,81	2,68
	f_b, f_w	6,21	7,23	6,20 5,17	5,21
UTS-2	Rapport	26,3	1,77	3,18 [0,8]	20,7
	$F_{,95}$	2,55	2,35	2,56	2,64
	f_b, f_w	6,22	7,29	5,28	5,23
UTS-3	Rapport	7,08	1,00	1,29	18,55
	$F_{,95}$	2,55	2,46	2,53	2,64
	f_b, f_w	6,22	7,22	6,23	5,23
UTS-4	Rapport	41,6 [5,58]	3,90	10,7	45,3
	$F_{,95}$	2,57 2,77	2,40	2,56	2,66
	f_b, f_w	6,21 5,18	7,25	6,21	5,22
UTS-5	Rapport	24,7	14,0	12,9	21,5
	$F_{,95}$	2,51	2,42	2,57	2,68
	f_b, f_w	6,24	7,24	6,21	5,21

**Rapport des variances des carrés moyens des écarts "entre groupes" et "dans le groupe" avec des degrés de liberté f_b et f_w resp. (4).*
[], valeur après élimination d'un groupe de valeurs aberrantes probables.

Tableau B-16 – Résultats des analyses de variance, isotopes de la série ^{232}Th*

		^{232}Th	^{228}Ra	^{228}Th
UTS-1	Rapport	2,92 [1,94]	7,32	2,34
	$F_{,95}$	2,61 3,18	3,71	3,05
	f_b, f_w	7,17 4,13	3,10	4,15
UTS-2	Rapport	3,14 [2,88]	33,9	17,8
	$F_{,95}$	2,58 3,11	3,59	3,01
	f_b, f_w	7,18 4,14	3,11	4,16
UTS-5	Rapport	6,12 [7,87]	13,52	16,4
	$F_{,95}$	2,61 3,18	3,06	3,05
	f_b, f_w	7,17 4,13	4,15	4,15

**Spectrométrie alpha seulement.*

Tableau B-17 – Résultats des tests r de Dixon sur les moyennes de laboratoire

Matériau	Isotope	Groupe	Nbre de groupes	Rapport du test	Valeur critique, r**	
					P = 10 %	P = 5 %
UTS-1	^{210}Pb	Lab-7	7	,63	,51	,57
UTS-1	^{226}Ra	Lab-5*	4	,90	,77	,82
UTS-2	^{210}Pb	Lab-7	7	,63	,51	,57
UTS-4	^{230}Th	Lab-3	7	,71	,51	,57

**Résultats éliminés; les moyennes des trois autres groupes apparaissaient accidentellement proches.*
***Les probabilités appropriées sont égales à deux fois les valeurs extrêmes prédésignées du groupe (B2).*

Tableau B-18 – Valeurs reconnues et paramètres statistiques associés pour l'activité des isotopes dans les résidus de référence

Isotope	Valeur reconnue, [CL] Bq g^{-1}[a] [Nbre de groupes, Nbre de valeurs, ECR (%), CV (%)]			
	UTS-1	UTS-2	UTS-3	UTS-4
^{230}Th	3,6 [3,0 – 4,2] (7,28,21,10)	4,4 [3,3 – 5,5] (2,79,26,24)	11,3 [10,5 – 12,1] (7,29,9,5)	22,9[b] [20,3 – 25,5] (6,24,13,7)
^{226}Ra	3,67 [3,52 – 3,82] (8,31,9,7)	5,6 [6,2 – 6,0] (8,37,13,8)	13,3 [12,7 – 13,9] (8,30,11,6)	38,6 [36,2 – 40,9] (8,33,9,5)
^{210}Pb	3,25[b] [3,03 – 3,47] (6,23,9,7)	4,55[b] [4,36 – 4,75] (6,39,12,9)	12,6 [12,1 – 13,2] (7,30,9,7)	32,4 [29,6 – 35,3] (7,28,9,4)
^{210}Po	3,1 [2,7 – 3,5] (6,27,10,4)	4,4 [3,7 – 5,1] (6,29,14,6)	11,8 [10,8 – 12,9] (6,29,8,4)	30,8 [25,8 – 35,9] (6,28,14,4)
^{232}Th[c,d]	,68 [,59 – ,77] (5,18,16,11)	,88 [,67 – 1,08] (5,19,24,17)	(,16 ± ,04)	(,48 ± ,06)
^{228}Ra	,68 [,47 – ,89] (4,14,19,10)	1,0 [0,7 – 1,4] (4,15,17,6)	–	–
^{228}Th[d]	,71 [,58 – ,84] (5,20,21,13)	,92 [,58 – 1,25] (5,21,29,11)	(,16 ± ,04)	(,23 ± ,04)
^{231} Pa[d]	(,21 ± ,03)	(,37 ± ,05)	(,70 ± 1,0)	(2,4 ± ,3)

a. LC = domaine d'incertitude statistique au niveau de confiance de 95 %, ECR = écart-type relatif et résultats individuels (%) CV = moyenne des écarts-types relatifs dans le laboratoire (%).
b. Un groupe de valeurs aberrantes a été éliminé.
c. Les résultats pour ^{232}Th ont été obtenus par spectrométrie alpha seulement. Les conc. de ^{232}Th obtenues par activation neutronique sont données avec les résultats d'analyse chimique.
d. Les résultats et les estimations des incertitudes d'un seul laboratoire sont donnés à titre indicatif seulement.

Tableau B-19 – Performance du programme de consensus sur les radio-isotopes pour UTS-5 [mineral DH-1a/SiO_2, 49,4 ± 0,6 %]

Isotope	Valeur reconnue Bq g^{-1}			IC, ± %...	Biais estimé %**	Nbre de groupes	Nbre de valeurs	ETR %	$\overline{CV}$, %
	Moyenne	95 % LC							
^{230}Th	15,4	14,2	−16,7	8,5	−2,9	7	31	9,1	3,5
^{226}Ra	16,4	14,9	−17,8	8,8	+3,2	8	32	10,9	3,9
^{210}Pb	14,3	12,4	−16,1	13,0	−10,0	7	28	14	6,0
^{210}Po	13,6	11,4	−15,9	16,6	−14,2	6	27	15	7,0
^{232}Th(a)	1,94	1,72	−2,15	11,2	+6,7	8	25	14	6,4
^{232}Th(b)	1,96	1,59	−2,34	19,2	+7,8	5	18	16	7,9
^{228}Ra	1,80	1,14	−2,47	37,3	−1,1	5	20	27	15,3
^{228}Th	1,98	1,60	−2,37	19,5	+8,9	5	20	16	6,7
^{231}Pa	(,58)	(,55 – ,61)		(5)	−22,	1	4	–	12,9

**intervalle de confiance unilatéral de 95 %, %.*

***$(x_c - x_p)/x_p$ où x_p et x_c sont respectivement les valeurs prévues et reconnues. Les incertitudes dans les estimations du biais dues aux incertitudes dans la concentration et la période de l'uranium et du thorium, respectivement, sont environ ±2,1 et ±5,3.*

a) toutes les données.

b) spectrométrie α seulement.